

PCT

NOTIFICATION OF ELECTION

(PCT Rule 61.2)

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

Assistant Commissioner for Patents
United States Patent and Trademark
Office
Box PCT
Washington, D.C. 20231
ETATS-UNIS D'AMERIQUE

in its capacity as elected Office

Date of mailing:

02 June 2000 (02.06.00)

International application No.:

PCT/JP99/06477

Applicant's or agent's file reference:

AP981008PCT

International filing date:

19 November 1999 (19.11.99)

Priority date:

20 November 1998 (20.11.98)

Applicant:

NAKAMURA, Kozo et al

1. The designated Office is hereby notified of its election made:



in the demand filed with the International preliminary Examining Authority on:

29 March 2000 (29.03.00)



in a notice effecting later election filed with the International Bureau on:

2. The election ☒ was

was not

made before the expiration of 19 months from the priority date or, where Rule 32 applies, within the time limit under Rule 32.2(b).

The International Bureau of WIPO
34, chemin des Colombettes
1211 Geneva 20, Switzerland

Facsimile No. (41-22) 740.14.35

Authorized officer:

J. Zahra

Telephone No. (41-22) 338.83.38

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

NOTIFICATION OF THE RECORDING
OF A CHANGE(PCT Rule 92bis.1 and
Administrative Instructions, Section 422)

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

SHOBAYASHI, Masayuki
Ikebukuro City Heights 701
18-34, Minamiikebukuro 3-chome
Toshima-ku
Tokyo 171-0022
JAPON

Date of mailing (day/month/year) 26 April 2001 (26.04.01)	IMPORTANT NOTIFICATION
Applicant's or agent's file reference AP981008PCT	
International application No. PCT/JP99/06477	International filing date (day/month/year) 19 November 1999 (19.11.99)

1. The following indications appeared on record concerning:

☒ the applicant
 ☐ the inventor
 ☐ the agent
 ☐ the common representative

Name and Address

KOMATSU ELECTRONIC METALS CO., LTD.
2612, Shinomiya
Hiratsuka-shi, Kanagawa 254-0014
Japan

State of Nationality

JP

State of Residence

JP

Telephone No.

Facsimile No.

Teleprinter No.

2. The International Bureau hereby notifies the applicant that the following change has been recorded concerning:

☐ the person
 ☒ the name
 ☒ the address
 ☐ the nationality
 ☐ the residence

Name and Address

KOMATSU DENSHI KINZOKU KABUSHIKI
KAISHA
25-1, Shinomiya 3-chome
Hiratsuka-shi
Kanagawa 254-0014
Japan

State of Nationality

JP

State of Residence

JP

Telephone No.

Facsimile No.

Teleprinter No.

3. Further observations, if necessary:

4. A copy of this notification has been sent to:

☒ the receiving Office
 ☐ the designated Offices concerned
☐ the International Searching Authority
 ☒ the elected Offices concerned
☐ the International Preliminary Examining Authority
 ☐ other:
The International Bureau of WIPO
34, chemin des Colombettes
1211 Geneva 20, Switzerland

Authorized officer

Susumu Kubo

Facsimile No.: (41-22) 740.14.35

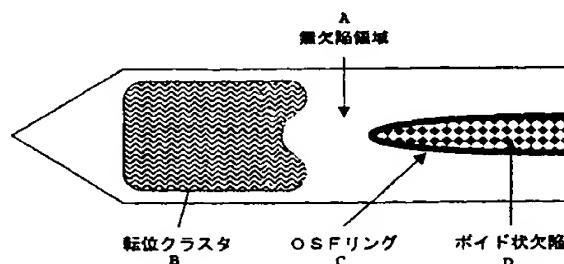
Telephone No.: (41-22) 338.83.38



(51) 国際特許分類7 C30B 29/06, 15/00, 33/02	A1	(11) 国際公開番号 WO00/31325 (43) 国際公開日 2000年6月2日(02.06.00)
(21) 国際出願番号 PCT/JP99/06477 (22) 国際出願日 1999年11月19日(19.11.99) (30) 優先権データ 特願平10/330713 1998年11月20日(20.11.98) JP 特願平11/77166 1999年3月23日(23.03.99) JP 特願平11/129957 1999年5月11日(11.05.99) JP (71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) コマツ電子金属株式会社 (KOMATSU ELECTRONIC METALS CO., LTD.)[JP/JP] 〒254-0014 神奈川県平塚市四之宮2612番地 Kanagawa, (JP)		(72) 発明者; および (75) 発明者/出願人 (米国についてののみ) 中村浩三(NAKAMURA, Kozo)[JP/JP] 最勝寺俊昭(SAISHOJI, Toshiaki)[JP/JP] 中島広貴(NAKAJIMA, Hiroataka)[JP/JP] 佐土原晋弥(SADOHARA, Shinya)[JP/JP] 西村雅史(NISHIMURA, Masashi)[JP/JP] 琴岡敏朗(KOTOOKA, Toshirou)[JP/JP] 島貫芳行(SHIMANUKI, Yoshiyuki)[JP/JP] 〒254-0014 神奈川県平塚市四之宮2612番地 コマツ電子金属株式会社内 Kanagawa, (JP) (74) 代理人 正林真之(SHOBAYASHI, Masayuki) 〒171-0022 東京都豊島区南池袋3丁目18番34号 池袋シティハイツ701 Tokyo, (JP) (81) 指定国 KR, US, 欧州特許 (DE, IT) 添付公開書類 国際調査報告書

(54) Title: PRODUCTION METHOD FOR SILICON SINGLE CRYSTAL AND PRODUCTION DEVICE FOR SINGLE CRYSTAL INGOT, AND HEAT TREATING METHOD FOR SILICON SINGLE CRYSTAL WAFER

(54) 発明の名称 シリコン単結晶の製造方法及び単結晶インゴット製造装置、並びにシリコン単結晶ウェハの熱処理方法



A ... DENUDED ZONE

C ... OSF RING

B ... DISLOCATION CLUSTER

D ... VOID-LIKE DEFECT

(57) Abstract

A method for growing a silicon single crystal by a Czochralski method, wherein, let a pulling speed be V (mm/min) and an average value of an in-crystal temperature gradient in a pulling axis direction within a temperature range, a silicon melting point to 1350 °C, be G (°C/mm), V/G ranges from 0.16 to 0.18 mm²/°C min between a crystal center position and a crystal outer periphery position, and a ratio G outer/ G center of an average value G of an in-crystal temperature gradient in a pulling axis direction within a temperature range, a silicon melting point to 1350 °C, at a crystal outer surface to that at a crystal center is set to up to 1.10 to thereby obtain a high-quality perfect crystal silicon wafer. Such a perfect crystal silicon wafer, wherein an oxygen concentration is controlled to up to 13×10^{17} atoms/cm³, an initial heat treating temperature is at least up to 500 °C and a temperature is raised at up to 1 °C/min at least within 700 to 900 °C, thereby making uniform a wafer in-plane distribution to an arbitrary oxygen precipitation density level.

チヨクラルスキー法でシリコン単結晶を育成する際に、引き上げ速度を V (mm/min) とし、シリコン融点から 1350°C までの温度範囲における引き上げ軸方向の結晶内温度勾配の平均値を G ($^\circ\text{C}/\text{mm}$) とするとき、 V/G の値を結晶中心位置と結晶外周までの位置との間で $0.16 \sim 0.18 \text{ mm}^2/^\circ\text{Cmin}$ とし、シリコン融点から 1350°C までの温度範囲における引き上げ軸方向の結晶内温度勾配の平均値 G の結晶の外側面と結晶中心での値の比 $G_{\text{outer}}/G_{\text{center}}$ を 1.10 以下として、高品質な完全結晶シリコンウェーハを得る。また、このような完全結晶シリコンウェーハにおいて、酸素濃度を $13 \times 10^{17} \text{ atoms}/\text{cm}^3$ 以下に制御し、初期投入熱処理温度を少なくとも約 500°C 以下とし、少なくとも約 700°C から約 900°C まで $1^\circ\text{C}/\text{min}$ 以下の速度で昇温することすることにより、任意の酸素酸素析出物密度レベルにウェーハ面内分布を均一化することを実現する。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード(参考情報)

AE	アラブ首長国連邦	DM	ドミニカ	KZ	カザフスタン	RU	ロシア
AL	アルバニア	EE	エストニア	LC	セントルシア	SD	スーダン
AM	アルメニア	ES	スペイン	LI	リヒテンシュタイン	SE	スウェーデン
AT	オーストリア	FI	フィンランド	LK	スリランカ	SG	シンガポール
AU	オーストラリア	FR	フランス	LR	リベリア	SI	スロヴェニア
AZ	アゼルバイジャン	GA	ガボン	LS	レソト	SK	スロヴァキア
BA	ボスニア・ヘルツェゴビナ	GB	英国	LT	リトアニア	SL	シエラ・レオネ
BB	バルバドス	GD	グレナダ	LU	ルクセンブルグ	SN	セネガル
BE	ベルギー	GE	グルジア	LV	ラトヴィア	SZ	スワジランド
BF	ブルキナ・ファソ	GH	ガーナ	MA	モロッコ	TD	チャード
BG	ブルガリア	GN	ギニア	MC	モナコ	TG	トーゴ
BJ	ベナン	CN	ギニア・ビサウ	MD	モルドヴァ	TJ	タジキスタン
BR	ブラジル	GW	ギニア・ビサウ	MG	マダガスカル	TZ	タンザニア
BY	ベラルーシ	HR	クロアチア	MK	マケドニア	TM	トルクメニスタン
CA	カナダ	HU	ハンガリー		共和国	TR	トルコ
CF	中央アフリカ	IE	アイルランド	ML	マリ	TT	トリニダード・トバゴ
CG	コンゴ	ID	インドネシア	MN	モンゴル	UA	ウクライナ
CH	スイス	IL	イスラエル	MR	モーリタニア	UG	ウガンダ
CJ	コートジボワール	IN	インド	MW	マラウイ	US	米国
CM	カメルーン	IS	アイスランド	MX	メキシコ	UZ	ウズベキスタン
CN	中国	IT	イタリア	NE	ニジェール	VN	ヴェトナム
CR	コスタ・リカ	JP	日本	NL	オランダ	YU	ユーゴスラビア
CU	キューバ	KE	ケニア	NO	ノルウェー	ZA	南アフリカ共和国
CY	キプロス	KG	キルギスタン	NZ	ニュージーランド	ZW	ジンバブエ
CZ	チェコ	KP	北朝鮮	PL	ポーランド		
DE	ドイツ	KR	韓国	PT	ポルトガル		
DK	デンマーク			RO	ルーマニア		

明細書

シリコン単結晶の製造方法及び単結晶インゴット製造装置、並びにシリコン単結晶ウェハの熱処理方法

技術分野

本発明は、チョクラルスキー法によりシリコン単結晶を製造する方法、特に成長欠陥のない高品質なシリコンウェーハを得るためのシリコン単結晶製造方法に関する。

本発明はまた、シリコン単結晶ウェハの熱処理方法、特にチョクラルスキー法（CZ法）により作製される完全結晶に係るシリコン単結晶ウェハに対する熱処理方法に関する。

本発明は更に、特に完全結晶の製造に好適なチョクラルスキー法シリコン単結晶製造装置に関する。

背景技術

[CZ法単結晶インゴット製造装置]

チョクラルスキー法（CZ法）による単結晶の引き上げ方法は周知の技術であり、CZ法単結晶インゴット製造装置も広く普及している。CZ法により単結晶を得るにあたっては、原料融液から単結晶の引き上げが行われるが、最近では固液界面近傍における単結晶の温度勾配を大きくして、より高速に単結晶を引き上げることができる単結晶インゴット製造装置がいくつか提案され（特開昭63-256593、特開平8-239291、特許第2562245号）、既に実用化されている。

図17は、従来の単結晶インゴット製造装置の一例を簡略図示した縦断面図である。この図17に示されるように、従来の製造装置10は、単結晶インゴット11を取り囲んで原料融液15の液面およびヒーター16からの輻射熱を

2

遮蔽する熱遮蔽部材 1 2 と、引上げ中の単結晶インゴット（以下、単結晶引き上げインゴット）を冷却するためのクーラー 1 3 を有している。クーラー 1 3 は、単結晶引き上げインゴット 1 1 の軸方向の温度勾配を高くするために設けられるもので、インゴット 1 1 の引き上げ速度を高めて単結晶インゴットの生産効率を向上させるために、現在では多くの C Z 法単結晶インゴット製造装置に採用されている。

このような単結晶インゴット製造装置においては、インゴットの製造工程がすべて終了し、インゴットを炉内から取り出した後、次の製造工程に入る前に炉内のいわゆるホットゾーンを解体・清掃する必要がある。そして、作業員がこの解体作業に入るためには、ホットゾーンを十分に冷却する必要があるが、その冷却のためには、従来の装置では一般に 6 時間程度の時間が必要であり、それが単結晶インゴット製造の 1 サイクルあたりの時間を長引かせ、製造効率を落としているという問題があった。

〔酸素析出物〕

チョクラルスキー法（C Z 法）により作製されるシリコン単結晶には、結晶育成中にルツボから遊離してきた酸素が溶解する。そして、この結晶中の溶存酸素は、結晶の冷却に伴って過飽和となるが、それがデバイスプロセスの熱処理過程で析出してシリコンウェハ中に酸素析出物を形成する。この酸素析出物は、ウェハ表層近傍ではリーク特性などに悪影響を及ぼすが、バルクに存在するものは、F e や C u などのデバイスの歩留まりに悪影響を及ぼす重金属を捕獲するゲッタリングサイトとして作用する。このため、製品としてのシリコンウェハにおいては、酸素析出物が表層部分には存在しない一方で、バルク中には適度に存在し、重金属のゲッタリングサイトとして機能しているのが好ましい。

このようなことから、現在はシリコンウェハを水素アニール処理することにより、表層部分の酸素析出物を消失させている（特開昭 6 1 - 1 9 3 4 5 6 号公報）。しかしながら、シリコンウェハの品質としては、それだけでは不十分で、バルク中における酸素析出物の密度や面内分布の均一性が求められ、それ

3

がシリコンウェハの重要特性の一つと認識されるように至っている。

〔完全結晶〕

チョクラルスキー法（CZ法）により得られるCZシリコン単結晶の成長中に発生する結晶欠陥は、MOSデバイスのゲート酸化膜の信頼性やPNジャンクションリーク特性などに悪影響を及ぼす。このため、このような結晶欠陥をできる限り低減することが必要となり、その方法として従来は、結晶成長中の結晶を可能な限り徐冷する方法を採用していた（特開平10-152395号公報，特開平8-12493号公報，特開平8-337490号公報など）。しかし、この方法では欠陥の低減に限界があり、しかも欠陥の巨大化を招くという問題も抱えていた。

結晶欠陥の低減のための他のアプローチとして、宝来らは、結晶の成長速度と引き上げ軸方向の結晶内温度勾配との関係を特殊な範囲の比となるように調整して欠陥の発生を焼失・排除する方法を提案しており、これによって成長欠陥を含まない完全結晶（無欠陥結晶）が得られたと報告している（1993年（平成5年）、第54回応用物理学会学術講演会（1993年9月27日から30日）、第54回応用物理学会学術講演会講演予稿集No. 1、p303、29a-HA-7：特開平8-330316号公報：日本結晶成長学会誌Vol. 25 No. 5（1998）p207）。

しかし、宝来らにより提案されたこの方法では、成長条件によっては無欠陥単結晶を得ることが工業的に極めて困難である。即ち、宝来らの方法によって完全結晶（無欠陥結晶）を製造する場合には、結晶の成長速度と引き上げ軸方向の結晶内温度勾配との関係を、極狭い範囲の比となるように制御する必要が生じ、生産効率が低下するという問題がある。また、宝来らにより示された範囲内に条件を設定してシリコン単結晶のインゴットを製造した場合には、実際には完全結晶（無欠陥結晶）の部分が割合に少なく、成長欠陥のないシリコンウェーハを工業的な過程で安定供給するという観点からすれば、現実性という面での問題があるのである。

〔完全結晶における酸素析出の不均一〕

4

ところで、完全結晶というのは、一般的に、ボイドや転位クラスタなどの結晶欠陥が存在しない結晶で、無欠陥結晶とも呼ばれることがある。かかる完全結晶中には、ボイド欠陥等の成長時導入欠陥（Grown-in欠陥）も前述した酸素析出物も存在しないが、酸素析出物（oxide precipitate）の基となる酸素析出核（oxide precipitate nuclei）が存在するために、完全結晶インゴットから切り出された完全結晶シリコンウェハを熱処理すると、ウェハ中に酸素析出物が導入される。

熱処理によって完全結晶ウェハ中に酸素析出物が導入されるのは、ウェハの熱処理に伴って酸素析出核が成長することにより、ウェハ中に酸素析出物が形成されるからであると考えられているが、完全結晶においては、ウェハ面内の酸素析出の不均一分布が強く生じる場合がある。

即ち、完全結晶には、比較的析出が起こりやすい「空孔優勢領域」と析出が起こりにくい「格子間シリコン優勢領域」という2つの領域が存在し、これらの領域がウェハ面内に混在すると、酸素析出の不均一分布をもたらすのである。酸素析出の不均一分布は、最終的にはデバイスの歩留まりに悪影響を及ぼすことになるため、何らかの手段でこの不均一を解消し、均一な状態に持っていく必要がある。

ここで、かかる不均一の解消のために、完全結晶の育成条件をうまく調整しようとしても、前述したように、完全結晶の育成条件自体が極めて狭い範囲であるため、その調整を行うのは殆ど不可能で、酸素析出が均一分布になる完全結晶を得ることは、工業的に極めて困難である。

〔酸素析出の不均一の要因と関連する従来技術〕

上記したような酸素析出の不均一分布の発生は、酸素析出核形成に強く関与する点欠陥の濃度分布がそもそも不均一であることに起因すると考えられる。一方、点欠陥分布に起因する析出挙動の差がみられる典型的な現象としては、OSFリングを境界として、その内側領域では空孔が優勢で比較的酸素析出が起こりやすく、外側領域では格子間シリコンが優勢で酸素析出が起こりにくいことが知られている。

Kissingerらは、OSFリングがウェハ面内に存在する（従って、空孔優勢領域と格子間シリコン優勢領域が混在する）シリコンウェハに、500℃から1000℃まで1℃/minで昇温をした後、1000℃で1時間の熱処理を行うことで酸素析出物密度がウェハ面内で均一になるということを報告している（Electrochemical Society Proceedings Volume 98-13, p158）。

しかし、この報告は完全結晶に関するものではなく、この場合、少なくともOSFリングの内側には空孔が凝集したことによるボイド欠陥が存在し、外側領域では格子間シリコンの凝集による転位クラスタが存在しているので、この報告に開示されている方法をそのまま完全結晶に適用することはできない。即ち、Kissingerらによる報告は、OSFリングによって空孔優勢領域と格子間シリコン優勢領域とが明確に分離されているウェハに対して適用できる方法であり、空孔優勢領域および格子間シリコン優勢領域が面内に混在している完全結晶にはそのまま適用することができないのである。

例えば、Kissingerらの示した熱処理を完全結晶に施すと、比較的高い酸素濃度の場合には、酸素析出分布は均一化できるものの、表層のデバイス活性層領域まで析出物が発生してしまう。この一方で、酸素濃度を低くした場合には、面内の酸素析出分布の均一化ができなくなる。ここで、酸素濃度を高くしたことによって表層のデバイス活性層領域まで酸素析出物が発生してしまった場合には、これが最終的にはデバイス歩留まりに悪影響を及ぼすことになるので、工業的な実施が大いに妨げられることになる。一方、DZ層（表層の無酸素析出物層）を存在させ得る低い酸素濃度の場合には、酸素析出分布の均一化ができなくなるのであるから、Kissingerらの示した熱処理方法を工業的な実施に供するのは問題がある。

また、特開平8-253392号公報では、単結晶シリコン中の酸素析出核生成中心の密度を制御する方法として、少なくとも約350℃の温度でアニールし、このアニールの工程の間に単結晶シリコンを約350～500℃の第1温度T1に加熱（または冷却）し、次にこの温度をT1から、約500～750℃の第2温度T2に上昇させ、T1からT2への温度上昇の平均速度が1分

間に約25℃未満であり、約1150℃を越えない温度でのシリコンの熱処理によって酸素析出核生成中心が溶解可能になる時点でこのアニールを終了する方法を提案している。この方法によれば、酸素濃度の異なる試料において、均一な密度の析出物を導入することができる。

しかし、この方法は、酸素濃度の異なる試料において、熱処理によって酸素析出物密度を約1桁の範囲内で導入（均一化）するものであって、結晶育成段階で発生した点欠陥分布の差による析出の不均一を解消するためのものではない。従って、この方法では、結晶の径方向またはウェハの面内における酸素析出挙動の均一を達成することは困難であり、酸素析出物が均一でDZ層を有するものを安定的に製造することはできなかった。更に、この方法は、熱プロセスが複雑なためにそれにかかる時間および労力が大きく、製品の生産性を著しく悪化させるという問題がある。

発明の開示

本発明の第1の目的は、無欠陥単結晶を得るのに一層好適な成長条件を突き止め、成長欠陥のない高品質なシリコンウェハの安定供給を可能にすることにある。

本発明の第2の目的は、シリコン完全結晶において、簡単なプロセスでシリコンウェハ中の酸素析出物の均一化を達成することができる熱処理方法を提供することにある。

本発明の第3の目的は、シリコン完全結晶を製造するにあたって、その製造プロセスにかかる時間を短縮し、シリコン完全結晶の製造効率を向上させることができるような単結晶インゴット製造装置及び方法を提供することにある。

〔完全結晶の製造条件〕

本発明の第1の目的を達成するために、本発明者らが実用的な成長条件について詳細に検討をした結果、無欠陥単結晶を得ることができる好適な成長条件を見出すに至り、本発明を完成するに至った。

即ち本発明は、成長欠陥のない高品質なシリコンウェハを得るものであり、

7

チョクラルスキー法でシリコン単結晶を育成する際に、引き上げ速度を V (mm/min) とし、シリコン融点から 1350°C までの温度範囲における引き上げ軸方向の結晶内温度勾配の平均値を G ($^{\circ}\text{C}/\text{mm}$) とするとき、 V/G の値を結晶中心位置と結晶外周までの位置との間で $0.16 \sim 0.18 \text{ mm}^2/^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}$ とし、シリコン融点から 1350°C までの温度範囲における引き上げ軸方向の結晶内温度勾配の平均値 G の結晶の外側面と結晶中心での値の比 $G_{\text{outer}}/G_{\text{center}}$ を 1.10 以下とすることを特徴とする。これにより、ボイド状欠陥や転位クラスタ等の成長欠陥を含まないシリコン単結晶インゴットが得られ、それを常法に従って加工することにより、成長欠陥のない高品質なシリコンウェーハを得ることができる。

このような本発明は、基本的には、チョクラルスキー法でシリコン単結晶を育成する際に、シリコン単結晶インゴットの成長速度を調整することにより成長欠陥の発生を防止するものである。そして、これを実現すべく、前記各パラメータ (V 、 G 、 V/G 、 $G_{\text{outer}}/G_{\text{center}}$) を変化させることは、チョクラルスキー法シリコン単結晶製造装置に備え付けられている熱遮蔽体とシリコン融液との間の距離を変化させることによって、実施可能な範囲で実現できる。

より具体的には、本発明は、以下のようなシリコン単結晶インゴット製造方法及び装置、並びに、それらから製造されるシリコン単結晶インゴットより得られるシリコン単結晶ウェーハを提供するものである。

(A1) チョクラルスキー法により、次の (a) 及び (b) の条件でシリコン単結晶インゴットを製造する方法。[(a) 「結晶中心位置と結晶外周までの位置との間の V/G 値」 = 「 $0.16 \sim 0.18 \text{ mm}^2/^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}$ 」、及び、(b) 「 $G_{\text{outer}}/G_{\text{center}}$ 」 ≤ 1.10]。

ここで、「 V (mm/min)」はチョクラルスキー法における引き上げ速度、「 G ($^{\circ}\text{C}/\text{mm}$)」はシリコン融点 (約 1412°C) から 1350°C までの温度範囲における引き上げ軸方向の結晶内温度勾配の平均値、「 G_{outer} 」は結晶の外側面における G 値、「 G_{center} 」は結晶中心における G

値である。なお、シリコン融点については定説はなく、 1420°C であると記載している文献も存在する。しかしながら、シリコン融点が何 $^{\circ}\text{C}$ であるかということは本発明において問題ではなく、定説となるシリコン融点は何 $^{\circ}\text{C}$ であろうと、「シリコン融点から 1350°C までの温度範囲」であれば、本発明の範囲に含まれる。

(A2) チョクラルスキー法シリコン単結晶製造装置に備え付けられている熱遮蔽体とシリコン融液との間の距離を変化させることにより、前記(a)及び(b)の条件の調整を行うことを特徴とする上記記載のシリコン単結晶インゴット製造方法。

(A3) チョクラルスキー法によるシリコン単結晶インゴットの製造の際に、シリコン単結晶インゴットの引き上げ速度を変化させることにより、前記(a)及び(b)の条件の調整を行うことを特徴とする上記記載のシリコン単結晶インゴットの製造方法。

(A4) 上記記載のシリコン単結晶インゴットから得られる、成長欠陥が低減されているシリコン単結晶ウェーハ。

(A5) 上記記載のシリコン単結晶インゴットから得られる、成長欠陥を含まないシリコン完全単結晶ウェーハ。

(A6) チョクラルスキー法シリコン単結晶製造装置に備え付けられている熱遮蔽体とシリコン融液との間の距離を調整しながらシリコン単結晶インゴットの製造を行うことを特徴とするシリコン単結晶インゴット製造方法。なお、この方法によれば、後述するように、少なくとも、シリコン単結晶インゴットに対する輻射熱の量や不活性ガスの風量が調整されることとなるため、少なくともシリコン単結晶インゴットの結晶内温度勾配が調整されることになる。

(A7) シリコン融液を貯留しかつ回転及び上下駆動をするルツボ体と、前記シリコン融液からシリコン単結晶インゴットを回転させながら引き上げる引き上げ体と、前記ルツボ体を加熱する発熱体と、前記発熱体からの輻射熱を遮蔽するための熱遮蔽体と、を密閉容器内に備えるチョクラルスキー法シリコン単結晶製造装置において、シリコン単結晶インゴットの引き上げ軸方向の結晶内

温度勾配を変化させるために前記熱遮蔽体を動かす駆動機構を備えることを特徴とするシリコン単結晶インゴット製造装置。

なお、(A6)の方法と(A7)の装置において、シリコン単結晶インゴットに対する輻射熱の量や不活性ガスの風量を調整することが温度範囲に依存はしないため、(A6)の方法と(A7)の装置によって調整される結晶内温度勾配は、シリコンの融点から1350℃の温度範囲のものに限定されず、また、結晶中心におけるものと結晶の外側面におけるものとを問わない。

(A8) チョクラルスキー法シリコン単結晶製造装置に備え付けられている熱遮蔽体とシリコン融液との間の距離を調整することにより、同法によるシリコン単結晶インゴットの引き上げ速度を変化させることと同等の効果を得る方法。

なお、熱遮蔽体とシリコン融液との間の距離の調整とシリコン単結晶インゴットの引き上げ速度の変更とは、同等の効果が得られるからといってそれらが互いを排斥するものではないので、前記距離の調整を行うと同時に前記引き上げ速度の変更を行うことも可能である。

[本発明の基礎となる基本原理・現象]

図1は、CZ法におけるシリコン単結晶の成長速度を一定にした場合に、得られるシリコン単結晶インゴット中に生ずる欠陥の分布のパターンを図示した概念図である（なお、この明細書において「成長欠陥」とは、OSFリング、ボイド状欠陥、転位クラスタ等の一般的なCZ法におけるシリコン単結晶の成長時に通常発生する結晶中の欠陥のことを意味する。）。

この図1に示されるように、シリコン単結晶の成長速度を一定にした場合には、シリコン単結晶インゴット引上げの初期の段階では転位クラスタが生じ、その後、OSFリング及びボイド状欠陥が生じる。この場合において、転位クラスタとOSFリングの間に位置する偶発的に条件が整った部分が無欠陥領域を形成することになる。従って、原理的には、無欠陥領域を形成する最適な条件を突き止め、その条件下でシリコン単結晶インゴットの引上げを行うようにすれば、無欠陥領域を拡張させることができるということになる。

1 0

〔本発明と従来技術の対比〕

ここで、この「無欠陥領域を形成する最適な条件」として、宝来ら（特開平 8-330316 号公報）は、「シリコン融点から 1300℃までの温度範囲において、結晶バルク外周から 30cm よりも内側では V/G 値 = $0.20 \sim 0.22 \text{ mm}^2 / ^\circ\text{C} \cdot \text{min}$ 、それよりも外側では V/G 値 = $0.20 \sim 0.22 \text{ mm}^2 / ^\circ\text{C} \cdot \text{min}$ もしくはそれ以上（但し、結晶バルク外周に向かって漸次増加させる）」という条件を提示している。

これに対し、本発明では上記「課題を解決するための手段」の（1）にて示した条件を提示しているが、宝来らの発明（従来技術）と本発明との関係を説明すると次のようになる。

まず、図 2 は、シリコン融液の液面からの距離とシリコン単結晶インゴットの結晶内温度の関係を示した模式図である。図中、 h はシリコン融液の液面からの距離（mm）を表し、 T はシリコン単結晶インゴットの結晶内温度（℃）を表す。この図 2 に示されるように、シリコン融液からシリコン単結晶インゴットの引上げを行っているときに、シリコン単結晶インゴットの結晶内温度は、シリコン融液の液面から遠ざかるにつれて低下していく。そして、この図 2 において、シリコン融液液面から h_1 だけ離れた個所の結晶内温度が 1350℃であり、このシリコン融液液面から h_1 の高さに至るまでの結晶内温度勾配を監視することによって完全結晶を得んとするのが本発明である。

これに対し、この部分 h_1 よりも上方に位置し、従って h_1 の部分よりも温度が低くなって 1300℃となっている h_2 の高さに至るまでの結晶内温度勾配を監視することによって完全結晶を得んとするのが宝来らの発明である。

即ち本発明は、シリコン単結晶インゴットの製造工程において、宝来らにより提示された最適条件の範囲の中で、より最適なものを提示したものであるという側面を有する。このことは、 $G_{\text{outer}}/G_{\text{center}}$ と結晶内温度（℃）の関係を示す図 3 から明らかなであり、この図 3 に示されるように、本発明の範囲（図中の左下がりの斜線部分）のある部分は、宝来らにより示された範囲（図中の右下がりの斜線部分）の一部分と重複している。このことか

1 1

ら、当該部分については、本発明は、先行発明の範囲の中からより最適な条件を選び出した有益な選択発明であると位置付けることができる。

しかしながらこの一方で、同じ図3に示されるように、左下がりの斜線部分の全てが右下がりの斜線部分に包含されているものではなく、本発明は、宝来らにより示された範囲の外で（言い換えれば、宝来らが示していない範囲において）シリコンの完全結晶を得るものであるという側面も有している。このことから明らかなように、本発明は、先行する宝来らの発明に全てが包含されるというのではなく、その完全なる選択発明あるいは利用発明というものではない。

このことは、 V/G 値 ($\text{mm}^2/^\circ\text{C} \cdot \text{min}$) と結晶内温度 ($^\circ\text{C}$) で宝来らの発明との関係を示す図4（図中、Aの部分为本発明の範囲、Bの部分が宝来らの発明の範囲）、および、 $G_{\text{outer}}/G_{\text{center}}$ と V/G 値 ($\text{mm}^2/^\circ\text{C} \cdot \text{min}$) で宝来らの発明との関係を示す図5（図中、Aの部分为本発明の範囲、Bの部分が宝来らの発明の範囲）より、これらのパラメータにより示される領域で対比をした場合には両発明の範囲が完全にシフトすることになるということからも明らかである。

〔シリコン単結晶インゴット製造装置〕

図6は、本発明に係るシリコン単結晶インゴット製造装置の要部を示すブロック図である。本発明に係るシリコン単結晶インゴット製造装置は、通常のCZ法シリコン単結晶製造装置と同様に、密閉容器たるチャンバー11内に、シリコン融液12の製造・貯蔵のためのルツボ13（このルツボ13は、通常のCZ法シリコン単結晶製造装置と同様に、黒鉛ルツボ13aの内側に石英ルツボ13bが配設されたものからなる）と、このルツボ13を加熱するためのヒータ14と、このヒータ14に電力を供給する電極15と、ルツボ13を支持するルツボ受け16と、ルツボ13を回転させるベディスタル17と、を備える。チャンバー11内には適宜、断熱材21、メルトレシープ23、内筒24が備え付けられる。また、この装置には、ヒータ14からシリコンバルク27への熱の輻射を遮蔽するための熱遮蔽体25が備え付けられている。更に、本

1 2

発明に係るシリコン単結晶インゴット製造装置は、特に図示していないが、この種のCZ法シリコン単結晶製造装置に通常装備される不活性ガスの導入・排気システムを備えている。そして、このようなシステム下にあつて、熱遮蔽体25は不活性ガスの流通路を調整する働きも兼ね備えている。

本発明に係るシリコン単結晶インゴット製造装置において特徴的なことは、熱遮蔽体25を動かし、当該熱遮蔽体25の先端部分とシリコン融液12の液面からの距離 h を調整することによって、本発明遂行のポイントとなる V/G 値 ($\text{mm}^2/^\circ\text{C}\cdot\text{min}$) や $G_{\text{outer}}/G_{\text{center}}$ を調整することである。実際に、距離 h を調整することによってヒータ14やシリコン融液12の液面からシリコンバルク27への熱の遮蔽量が変化するのと同時に、シリコンバルク27表面を流れる不活性ガスの量や速度が微妙に変化するので、これによって本発明ではシリコンバルク27表面における結晶引上げ軸方向の結晶内温度勾配、ひいてはその中心部分における結晶引上げ軸方向の結晶内温度勾配との比を調整することができるものと考えられている。

なお、この実施の形態において、当該熱遮蔽体25の先端部分とシリコン融液12の液面からの距離 h の調整は、熱遮蔽体25の高さを調整するリフター25aと、熱遮蔽体25の傾きを調整するアンギュラー25bの連動により行うこととしている。しかしながら、距離 h の調整はこの機構に限られるものではない。即ち、本発明が、CZ法シリコン単結晶製造装置に装備されている熱遮蔽体を利用して V/G 値 ($\text{mm}^2/^\circ\text{C}\cdot\text{min}$) や $G_{\text{outer}}/G_{\text{center}}$ を調整する最初のものである以上、距離 h の調整を行えるものであればいかなる実施態様も本発明の範囲に含まれると解釈されるべきである。

また、本発明においては、距離 h の調整は、例えば総合電熱解析のようなシミュレーション解析による計算結果に基づいて行うようにしてもよく、実測値に基づいたフィードバック制御などによって行うようにしてもよい。

[シリコン単結晶ウェーハ]

本発明に係る方法もしくは装置により製造されたシリコン単結晶インゴットは、先行する宝来らの発明によって得られるシリコン単結晶インゴットよりも、

1 3

成長欠陥を含まない領域が得られる確実性が高く、しかもその量的な割合も多い。従って、本発明に係るシリコン単結晶インゴットからは、成長欠陥を含まないシリコン完全単結晶ウェーハが従来よりも大量かつ確実に得ることができ、最終的にはＩＣの歩留まりの飛躍的な向上に貢献することになる。

ところで、本発明に係る方法もしくは装置により製造されたシリコン単結晶インゴットは、その全ての部分において成長欠陥がないというわけではなく、結晶欠陥が含まれている部分も存在する。しかしながら、少なくともその全体において、成長欠陥の存在率はかなりの程度低減されているため、成長欠陥が存在する部分から切り出して得られるウェーハも高品質であることに変わりはなく、そうである以上は、当該部分はその意味では新規なウェーハということができるので、特許請求に係る本発明の一部を構成することになる。

なお、これらの高品質ウェーハは、通常のウェーハの作製と同様に、シリコン単結晶インゴットから所定の厚さで切り出し、必要な加工を施すことにより作製することができる。

[完全結晶の熱処理とその条件]

本発明の第２の目的を達成するために、本発明者らが熱処理条件の詳細について鋭意検討をした結果、点欠陥分布差が面内に生じている完全結晶に対し、比較的低コストで、十分なＤＺ層を確保しつつ均一化が可能な条件を見出し、本発明を完成するに至った。

即ち本発明は、完全結晶において、点欠陥の濃度分布に依らず、面内均一な酸素析出物密度のシリコンウェーハを得る熱処理方法を提供するものであって、以下のような熱処理方法及びシリコンウェーハをその内容とする。

(Ｂ１) チョクラルスキー法により作製される完全結晶に係るシリコン単結晶ウェーハに対する熱処理方法であって、熱処理の対象となるシリコン単結晶ウェーハの初期投入熱処理温度を５００℃以下とし、当該初期投入熱処理温度から「７００℃～９００℃」の間で設定した到達温度までの温度範囲における昇温速度を１℃／min以下に設定することを特徴とするシリコン単結晶ウェーハの熱処理方法。

1 4

(B 2) チョクラルスキー法により作製される完全結晶に係るシリコン単結晶ウェハに対する熱処理方法において、熱処理の対象となるシリコン単結晶ウェハの初期投入熱処理温度を 500°C 以下とし、かつ、当該初期投入熱処理温度から「 $700^{\circ}\text{C}\sim 900^{\circ}\text{C}$ 」の間で設定した到達温度までの温度範囲における昇温速度を $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 以下に設定することにより、熱処理後のシリコン単結晶ウェハの酸素析出物密度の分布を均一にする方法。

(B 3) チョクラルスキー法により作製される完全結晶に係るシリコン単結晶ウェハに対する熱処理方法において、熱処理の対象となるシリコン単結晶ウェハの初期投入熱処理温度、及び、当該初期投入熱処理温度から「 $700^{\circ}\text{C}\sim 900^{\circ}\text{C}$ 」の間で設定した到達温度までの温度範囲における昇温速度、を調整することにより、熱処理後のシリコン単結晶ウェハの酸素析出物密度の分布を調整する方法。

(B 4) 完全結晶の酸素濃度が $1.3 \times 10^{17} \text{ atoms}/\text{cm}^3$ 以下であることを特徴とする(B 1)記載の方法。

(B 5) (B 4)記載の方法により作製されたシリコン単結晶ウェハ。酸素濃度が $1.3 \times 10^{17} \text{ atoms}/\text{cm}^3$ 以下の完全結晶については、空孔優勢領域と格子間シリコン優勢領域の間で酸素析出物が均一化することに加え、酸素析出物がウェハ表面まで顕在化してしまうことがなく、良好なDZ層が形成されるので、シリコンウェハとして優秀である。

[完全結晶の製造効率を高めるための単結晶インゴット製造装置]

本発明の第3の目的を達成するために、本発明者らが鋭意研究を行った結果、単結晶インゴット製造装置に備えられているクーラーを、単結晶インゴットの製造工程に応じて適切な箇所に適宜移動させることにより消費電力量の低減及び製造時間の短縮を図ればよく、特にこれは、通常は製造に長時間かかる完全結晶の製造において有効であるということを見出し、本発明を完成するに至った。

より具体的には、本発明は、以下のような装置及び方法を提供する。

(C 1) 原料融液から引き上げ中の単結晶インゴット(以下、単結晶引き

1 5

上げインゴット)の所定個所の冷却を行うクーラーを炉内に備えるチョクラルスキー法(以下、CZ法)単結晶インゴット製造装置を制御する方法であって、前記単結晶引き上げインゴットのテール部を形成する際に、前記単結晶インゴットと前記原料融液との固液界面から前記クーラーを遠ざけることにより単結晶インゴット製造装置の電力消費量を低減する方法。

このようにすることによって、テール部形成の際に、クーラー冷却に打ち勝つルツボ加熱を行う必要が無くなるので、電力消費の低減が実現されることになる。

[単結晶インゴットのテール部について]

ところで、CZ法による単結晶インゴットの製造では、単結晶を所望の長さに成長させた後、一般にテール部と呼ばれる逆さ円錐状の絞り込み部分を形成させる必要がある。それは、単結晶引き上げインゴットをいきなり融液から引き上げてしまうと、スリップ転移と呼ばれる結晶転移がインゴット内に発生し(スリップバック)、その部分は製品として使用することができなくなってしまうためである。

ここで、スリップバックは、融液面から切れたところの直径分だけインゴット内に戻って発生するため、製品として適切なウエハをインゴットからできるだけ多く取るためには、ウエハに加工される部分(以下、直胴部分)にスリップバックを発生させないように、引き上げの終了に至る過程において、インゴットの径を注意深く絞りこんでテール部を形成する必要があるのである。

テール部の形成に関し、テール部は直胴部の直径ぐらいの長さに形成するのが普通である。その理由は、短すぎると酸素の異常析出部分が直胴部にかかりその部分が製品化できなくなってしまうからである一方で、テール部はウエハとして製品化できない部分であるため、それが長すぎると不経済だからである。

このテール部を形成するには、単結晶インゴットの軸方向の温度勾配を低くして単結晶インゴットを引き上げればよいということが当業者にはよく知られている。そしてそのために従来は、一般的に、テール部を形成する際にルツボを余分に加熱して融液温度を上げることによって単結晶引き上げインゴットの

温度勾配を下げていた。

しかしながら、特にクーラーを使用して単結晶引き上げインゴットの温度勾配を意図的に高く設定しているような場合には、より高い温度を融液に与えなければならなくなる。そしてその加熱を行うために電力消費量が増大し、不経済であるのは勿論であるが、この加熱により石英ルツボが異常に加熱され、ルツボ中に存する気泡が大きくなって弾け、その破片が結晶に付着し転移を生じさせたり、多結晶化させたりするという問題が生じる場合がある。

また、クーラーの冷却に打ち勝つルツボ加熱を行うためには、実際には多大なる電力を投入しなければならないので、電源装置が大型化してしまうという問題や、過剰な熱に晒される炉内部品が早く劣化してしまうという問題もあったのである。

しかしながら、本発明に係る単結晶インゴット製造装置によれば、これらの問題が全て解消することとなる。

(C2) 加熱されたルツボ内の原料融液から単結晶インゴットの引き上げを行うチョクラルスキー法(以下、CZ法)単結晶インゴット製造装置であって、引き上げ中の単結晶インゴットの所定個所の冷却を行うクーラーを炉内に備えるCZ法単結晶インゴット製造装置を制御する方法であって、前記単結晶インゴットを前記原料融液から引き上げた後に、前記クーラーと加熱が終了したルツボとを近づけることにより単結晶インゴットの製造時間を短縮する方法。

ここで、「クーラーと加熱が終了したルツボとを近づける」ということは、CZ法単結晶インゴット製造装置の熱源であるヒータに近づき、冷却を行うということを意味する。また、「クーラーと加熱が終了したルツボとを近づける」ことは、ルツボをクーラーに向かって上昇させたり、クーラーをルツボに向かって下降させたり、或いはこれらの動作を組み合わせたりすることによって実施することができる。

(C3) 加熱されたルツボ内の原料融液から引き上げ中の単結晶インゴット(以下、単結晶引き上げインゴット)の所定個所の冷却を行うクーラーを炉内に備えるチョクラルスキー法(以下、CZ法)単結晶インゴット製造装置で

17

あって、前記単結晶引き上げインゴットのテール部を形成する際に、前記単結晶インゴットと前記原料融液との固液界面から前記クーラーを遠ざけるために前記クーラーが上昇することを特徴とするCZ法単結晶インゴット製造装置。

(C4) 加熱されたルツボ内の原料融液から引き上げ中の単結晶インゴットの所定個所の冷却を行うクーラーを炉内に備えるチョクラルスキー法（以下、CZ法）単結晶インゴット製造装置であって、前記単結晶インゴットを前記原料融液から引き上げた後に、加熱が終了したルツボを冷却するためにクーラーが下降することを特徴とするCZ法単結晶インゴット製造装置。

(C5) 前記ルツボ内にまでクーラーが下降することを特徴とする上記記載のCZ法単結晶インゴット製造装置。

(C6) 加熱されたルツボ内の原料融液から引き上げ中の単結晶インゴットの所定個所の冷却を行うクーラーを炉内に備えるチョクラルスキー法（以下、CZ法）単結晶インゴット製造装置であって、前記単結晶インゴットを前記原料融液から引き上げた後に、前記クーラーと加熱が終了したルツボとを近づけることによって当該ルツボの冷却を行うために当該ルツボを上昇させることを特徴とするCZ法単結晶インゴット製造装置。

(C7) 加熱されたルツボ内の原料融液から引き上げ中の単結晶インゴット（以下、単結晶引き上げインゴット）の所定個所の冷却を行うクーラーを炉内に備えるチョクラルスキー法（以下、CZ法）単結晶インゴット製造装置であって、前記単結晶引き上げインゴットのテール部を形成する際に、前記単結晶インゴットと前記原料融液との固液界面から前記クーラーを遠ざけるために前記クーラーが上昇すると共に、前記単結晶インゴットを前記原料融液から引き上げた後に、加熱が終了したルツボを冷却するためにクーラーが下降することを特徴とするCZ法単結晶インゴット製造装置。

(C8) 加熱されたルツボ内の原料融液から引き上げ中の単結晶インゴット（以下、単結晶引き上げインゴット）の所定個所の冷却を行うクーラーを炉内に備えるチョクラルスキー法（以下、CZ法）単結晶インゴット製造装置を用いて単結晶インゴットを製造する方法において、前記単結晶インゴットと前

18

記原料融液との固液界面から前記クーラーの間の距離を変化させることにより前記単結晶引き上げインゴットの径の大きさを調整する方法。

即ち、クーラーは、単結晶引き上げインゴットの所定箇所の引き上げ方向における温度勾配の調整に大きく貢献するのみならず、前記固液界面における単結晶引き上げインゴットの状態に大きな影響を与える。ここで、上記方法において、前記クーラーと前記固液界面との間隔を小さくすれば、前記固液界面における状態が固化のほうに振れ、引き上げられるインゴットの径が大きくなる。この一方で、前記クーラーと前記固液界面との間隔を大きくすれば、前記固液界面における状態が液化のほうに振れ、引き上げられるインゴットの径が小さくなる。

[完全結晶への適用]

上記(C1)～(C8)に係る装置及び方法は、完全結晶を製造するのに好適である。完全結晶の製造を行うためには、単結晶インゴットの引上げ速度を遅くしなければならず、また温度の監視も厳密に行わなければならないので、単結晶インゴットの引上げ時間が長くなり、それに伴って製造工程が長くなりがちである。しかしながら、本発明に係る装置及び方法(上記(C1)～(C8)に係る装置及び方法)によれば、単結晶インゴットの引上げ工程以外の部分で時間の短縮が図れることとなるので、製造工程全体で見れば製造時間の長期化が防止されることとなり、完全結晶製造の効率化が図れるようになるのである。

[単結晶インゴット製造装置の動作]

本発明に係る単結晶インゴット製造装置においては、その一つの態様として、単結晶引き上げインゴットのテール部を形成する際に、単結晶引き上げインゴットの径が所望の割合で減少しているかどうかを監視して、前記クーラーと原料融液の表面との距離を変化させることにより、単結晶引き上げインゴットの径の漸減を得るように動作する。

このための制御は、いわゆるフィードバック制御により行うのが一般的である。より具体的には、実際の径の大きさを測定し、想定した径の大きさと測定値とを比較して、もしそれらが異なっていれば、引き上げ条件を変化させて所

19

望の想定径が得られるように誘導（自動制御）するように構築をすることができ。従って、テール部を形成するときも、上記操作をフィードバック系を採用して行うことにより、所望の長さと角度を有するテール部を形成することが可能になる。

前記上昇したクーラーは、前記単結晶引き上げインゴットの引上げ終了後には、前記所定位置またはより下方に再び下降してホットゾーンを冷却するように自動制御され、このようにテール部作成中に上昇させたクーラーを引き上げ終了後に炉の下部に降ろすことにより、ホットゾーンを強制的に冷却することが可能になる。

〔用語の定義等〕

本明細書において、「完全結晶」というのは、成長時導入欠陥（OSFリング、ボイド状欠陥、転位クラスタ等の一般的なCZ法におけるシリコン単結晶成長時に通常発生する結晶中の欠陥。Grown-in欠陥）を含まない単結晶インゴットを意味する。

本明細書においては、「インゴット」はシリコン融液から成長した単結晶を意味し、「バルク」はインゴットから切り出されたウェハの内部の部分の意味し、素子を形成する表面層と区別をするための概念である。即ち、「バルク」は、一般には、表面から数10 μ m以上の内部を言うことが多いが、この明細書では、DZ層等の表面層以外の内部の部分の意味する。

「DZ層」というのは、CZ法により作製されたシリコンウェハを適当な熱処理（例えば、窒素雰囲気下、1050℃で数10時間）を施すことにより、ウェハの表面近傍に形成される、低酸素で、酸素析出などの全く無い領域のことを言う。「DZ層」は、無欠陥領域とも呼ばれることもあるが、完全結晶に係るシリコンインゴットの無欠陥領域と紛らわしいので、この明細書においては、原則として「無欠陥領域」という語をDZ層については用いない。DZ層は、水素アニール処理（特開昭61-193456号公報）によっても得られる。

完全結晶において、「空孔優勢領域」は、一般的にはウェハの内径側のある

20

範囲に現われ、「格子間シリコン優勢領域」は、一般的にはウェハの外径側のある範囲に現われる。

本発明に係る方法及び装置（上記（C1）～（C8）に係る装置及び方法）は、引き上げられる単結晶インゴットの種類に影響されるファクターが無く、CZ法一般に適用できる方法であると考えられるので、引き上げられる単結晶インゴットがシリコン単結晶インゴットである場合に限られない。

本明細書において、「温度勾配」とは、ルツボから引き上げ中の単結晶インゴットの縦軸における温度変化の度合いを意味する。ここで、温度勾配が高い（または大である）とは、温度の変化が急峻であることを意味し、温度勾配が低い（または小である）とは、温度の変化がなだらかであることを意味する。

また、本明細書において、「ホットゾーン」とは、単結晶インゴット製造装置の炉内においてヒーターによって加熱される部分（主に、熱遮蔽体より下の区画）を意味する。

図面の簡単な説明

図1は、CZ法におけるシリコン単結晶の成長速度を一定にした場合に、得られるシリコン単結晶インゴット中に生ずる欠陥の分布のパターンを図示した概念図である。

図2は、シリコン融液の液面からの距離とシリコン単結晶インゴットの結晶内温度の関係を示した模式図である。

図3は、G outer/G centerと結晶内温度（℃）の関係で規定される本発明の範囲と従来発明の範囲を示す図である。

図4は、V/G値（ $\text{mm}^2/\text{℃} \cdot \text{min}$ ）と結晶内温度（℃）の関係で規定される本発明の範囲と従来発明の範囲を示す図である。

図5は、G outer/G centerとV/G値（ $\text{mm}^2/\text{℃} \cdot \text{min}$ ）の関係で規定される本発明の範囲と従来発明の範囲を示す図である。

図6は、本発明に係るシリコン単結晶インゴット製造装置の要部を示すブロック図である。

21

図7は、酸素濃度が $1.4 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ の空孔優勢領域および格子間シリコン優勢領域が面内に混在する完全結晶から切り出したシリコンウェハにシミュレーション熱処理のみを行ったリファレンス試料の酸素析出物密度の面内分布を示す図である。

図8は、投入温度を $450 \sim 600^\circ\text{C}$ まで変化させ、 750°C まで 0.5°C/min の速度にて昇温し、 $750^\circ\text{C} \times 4$ 時間の等温処理を行った後に、シミュレーション熱処理を行ったときの酸素析出物密度の面内分布を示す図である。

図9は、 500°C の投入温度から 750°C の到達温度までの昇温速度を $0.5 \sim 1.5^\circ\text{C/min}$ とし、到達温度にて4時間の等温処理を行った後に、シミュレーション熱処理を行ったときの酸素析出物密度の面内分布を示す図である。

図10は、 500°C の投入温度から 0.5°C/min の速度にて昇温し、到達温度を $650 \sim 800^\circ\text{C}$ まで変化させた後に、シミュレーション熱処理を行ったときの酸素析出物密度の面内分布を示す図である。

図11は、投入温度を 500°C とし 700°C まで 1.0°C/min の速度にて昇温し、 $700^\circ\text{C} \times 1$ 時間の等温処理条件において結晶中の酸素濃度を变化させたときの酸素析出物密度の面内分布を示す図である。

図12は、本発明に係る単結晶インゴット製造装置を示す縦断面図である。

図13は、本発明に係る単結晶インゴット製造装置の動作を示す縦断面図である。

図14は、本発明に係る単結晶インゴット製造装置の制御プロセスを示す流れ図である。

図15は、本発明に係る単結晶インゴット製造装置の制御方法を適用した結果を表すグラフを示す流れ図である。

図16は、ホットゾーンの強制冷却を説明するためのブロック図である。

図17は、従来の単結晶インゴット製造装置を示す簡略縦断面図である。

発明を実施するための最良の形態

<完全結晶の製造条件の検討>

[実施例A 1]

種々の成長条件によって無欠陥結晶が得られる成長条件を調べた。その結果を表A 1に示す。実験は直径200mmの結晶を用いて行った。結晶欠陥の分布は、一般的には結晶をエッチング液に浸した後にその表面を観察することにより調査できるが、この実施例では、ボイド及び転位クラスタについては無攪拌Seccoエッチングをすることにより、OSFについては780℃で3時間及びそれに続く1000℃で16時間の酸化性熱処理をした後にライトエッチングをすることにより、欠陥の分布を調査した。半径方向の各位置での引き上げ軸方向の結晶内温度勾配は、現在確立されている成長装置内の総合伝熱解析により求めた。

表A 1は、各成長条件毎の無欠陥結晶が得られた成長速度の範囲を示す。ここで、成長速度の範囲が示されていない条件は、結晶の面内の一部にしか無欠陥部が発生しなかった条件である。

表 A 1

軸方向温度勾配		G outer / G center	無欠陥結晶がえられた 引上速度 (mm/min)	V/G center (mm ² /°C min)	V/G edge (mm ² /°C min)	
結晶中心 G center (°C/mm)	結晶外周 G outer (°C/mm)					
2.304	2.258	0.98	0.38~0.40	0.165~0.174	0.168~0.177	本 発 明 の 範 囲
2.320	2.343	1.01	0.39~0.41	0.168~0.177	0.166~0.175	
2.502	2.627	1.05	0.42~0.44	0.168~0.176	0.160~0.164	
2.600	2.808	1.08	0.45~0.46	0.173~0.177	0.160~0.164	
2.411	2.652	1.10	0.425~0.43	0.176~0.178	0.160~0.162	
2.921	3.359	1.15	X			
2.706	3.383	1.25	X			
2.750	3.575	1.30	X			
2.720	3.944	1.45	X			
3.012	4.819	1.60	X			

24

この表A1より、シリコン融点から1350℃までの温度範囲における引き上げ軸方向の結晶内温度勾配の平均値Gの結晶の外側面と結晶中心での値の比 G_{outer}/G_{center} が1.10以下としたときにのみ、無欠陥結晶が得られることが解る。また、 G_{outer}/G_{center} の1.10以下の条件において、引き上げ速度をV (mm/min) としたとき、 V/G が0.16~0.18 mm²/℃・minの範囲となる引き上げ速度であるときに無欠陥結晶が得られることが解る。

[実施例A2]

表A1にて求められた成長条件において、引き上げ速度一定にて結晶を成長させたとき、成長中における結晶内温度勾配の変化のため、最適な成長条件から徐々にずれていってしまう場合がある。そして、これをそのまま放置した場合には、図1の概念図に示したような無欠陥成長条件からズレたものが出来上がってしまうことになるので、条件を適切に変化させて最適条件へと導いてやる必要が生じる。

このような場合にあつて、この実施例A2では、最適条件へと導くために引き上げ速度を変化させることとした。そして、表A2に示すように、引き上げ速度Vを結晶の長さの変化に追従させて変化させることにより、無欠陥結晶を得ることができた。

表 A 2

		引上速度一定条件				本 発 明		
結晶長 (mm)	G1 center (°C/mm)	引上速度 (mm/min)	V/G center (mm2/°Cmin)	欠陥の有無	引上速度 (mm/min)	V/G center (mm2/°Cmin)	欠陥の有無	
0	2.786	0.43	0.154	有無	0.43	0.154	有無	
100	2.72	0.43	0.158	有無	0.43	0.158	有無	
200	2.643	0.43	0.163	有無	0.43	0.163	有無	
300	2.561	0.43	0.168	無し	0.43	0.168	無し	
400	2.502	0.43	0.172	無し	0.43	0.172	無し	
500	2.412	0.43	0.178	有無	0.42	0.174	無し	
600	2.358	0.43	0.182	有無	0.41	0.174	無し	
700	2.291	0.43	0.188	有無	0.4	0.175	無し	
800	2.218	0.43	0.194	有無	0.39	0.176	無し	
900	2.159	0.43	0.199	有無	0.38	0.176	無し	
1000	2.115	0.43	0.203	有無	0.37	0.175	無し	

〔実施例 A 3〕

この実施例は、実施例 A 2 と同様に成長中における結晶内温度勾配の変化のために徐々に最適な成長条件からずれていってしまったときに、シリコン融液と熱遮蔽体との間の距離の変化を与えることにより、無欠陥結晶を得ることができるということを示すためのものである（表 A 3）。

表 A 3

結晶長 (mm)	引上速度 (mm/min)	Si融液と熱遮蔽体の距離一定条件				本 発 明			
		Si融液と熱遮蔽体の距離 (mm)	G1 center (°C/mm)	V/G center (mm ² /°Cmin)	欠陥の有 無	Si融液と熱遮蔽体の距離 (mm)	G1 center (°C/mm)	V/G center (mm ² /°Cmin)	欠陥の有 無
0	0.43	70	2.786	0.154	有り	70	2.786	0.154	有り
100	0.43	70	2.72	0.158	有り	70	2.72	0.158	有り
200	0.43	70	2.643	0.163	有り	70	2.643	0.163	有り
300	0.43	70	2.561	0.168	無し	70	2.561	0.168	無し
400	0.43	70	2.502	0.172	無し	70	2.502	0.172	無し
500	0.43	70	2.412	0.178	有り	68	2.443	0.176	無し
600	0.43	70	2.358	0.182	有り	66	2.486	0.173	無し
700	0.43	70	2.291	0.188	有り	64	2.544	0.169	無し
800	0.43	70	2.218	0.194	有り	62	2.515	0.171	無し
900	0.43	70	2.159	0.199	有り	60	2.515	0.171	無し
1000	0.43	70	2.115	0.203	有り	58	2.500	0.172	無し

28

表A3に示すように、引き上げ速度一定の条件下で、シリコン融液と熱遮蔽体との間の距離を、結晶の長さの変化に追従させて変化させることにより、無欠陥結晶を得ることができた。ここで、この実施例A3によって、シリコン融液と熱遮蔽体との間の距離を変化させれば、引き上げ速度を変化させた場合（実施例A2）と同じ効果が得られることがわかる。そしてこのことから、無欠陥結晶を得るという観点からすれば、シリコン単結晶インゴット製造装置においてシリコン融液と熱遮蔽体との間の距離を変化させることは、引き上げ速度を変化させることと等価の効果が得られるということが明らかになった。

<完全結晶シリコンウェハの熱処理>

空孔優勢領域および格子間シリコン優勢領域が面内に混在する完全結晶から切り出したシリコンウェハに種々の熱処理を施し、ウェハ面内の酸素析出物密度分布を調べた。実験は酸素濃度が $11 \sim 14 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ （79ASTM）の直径200mmポロンドープP型結晶を用い、窒素および酸素の混合ガス雰囲気中で前熱処理をした後、酸化性雰囲気中で2stepのデバイスシミュレーション熱処理（ $780^\circ\text{C} \times 3\text{h} + 1000^\circ\text{C} \times 16\text{h}$ ）を施して、ライトエッチング法にて酸素析出物密度を調査した。結果を図7および表B1に示す。

なお、図7には酸素濃度が $14 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ の空孔優勢領域および格子間シリコン優勢領域が面内に混在する完全結晶から切り出したシリコンウェハにシミュレーション熱処理のみを行ったリファレンス試料の酸素析出物密度の面内分布を示す。表B1には、各前熱処理条件、酸素析出物密度のウェハ面内均一性の有無、およびDZ層の有無を示す。

表B1

スタート 温度(℃)	昇温速度 (℃/min)	到達温度 (℃)	保持時間 (時間)	酸素濃度 (x E17a/ cm3)	酸素析出物 密度の面内 均一性評価	DZ層の 有 無
350	0.5	750	4	11.0	○	有
450	↑	↑	↑	↑	○	有
500	↑	↑	↑	↑	○	有
550	↑	↑	↑	↑	×	-
600	↑	↑	↑	↑	×	-
500	1.0	650	1	↑	×	-
↑	↑	↑	4	↑	×	-
↑	↑	↑	8	↑	×	-
↑	↑	↑	16	↑	×	-
↑	↑	700	1	10.0	○	有
↑	↑	↑	↑	11.0	○	有
↑	↑	↑	↑	12.0	○	有
↑	↑	↑	↑	13.0	○	有
↑	↑	↑	↑	14.0	○	無し
↑	↑	↑	4	11.0	○	有
↑	↑	↑	8	↑	○	有
↑	↑	750	1	↑	○	有
↑	↑	↑	4	↑	○	有
↑	↑	↑	8	↑	○	有
↑	↑	800	1	↑	○	有
↑	↑	↑	4	↑	○	有
↑	↑	↑	8	↑	○	有
↑	↑	900	1	11.0	○	有
↑	↑	↑	↑	14.0	○	有
		1000	↑	11.0	×	-
↑	↑	↑	↑	14.0	○	無し
↑	1.5	650	4	↑	×	-
↑	↑	700	↑	↑	×	-
↑	↑	750	↑	↑	×	-
↑	↑	800	↑	↑	×	-
↑	1.25	650	↑	↑	×	-
↑	↑	700	↑	↑	×	-
↑	↑	750	↑	↑	×	-
↑	↑	800	↑	↑	×	-
↑	0.75	650	↑	↑	×	-
↑	↑	700	↑	↑	○	有
↑	↑	750	↑	↑	○	有
↑	↑	800	↑	↑	○	有
↑	0.5	650	0	↑	×	-
↑	↑	700	↑	↑	○	有
↑	↑	750	↑	↑	○	有
↑	↑	800	↑	↑	○	有

30

表B1より、結晶の酸素濃度が $1.3 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以下のとき、初期投入熱処理温度を少なくとも約 500°C 以下とし、少なくとも 700°C から 900°C の温度範囲まで 1°C/min 以下の速度で昇温することで、その後のシミュレーション熱処理後の酸素析出物密度の面内分布が、DZ層を失うことなく均一化できるということが判った。また、これらの条件の範囲において結晶の酸素濃度、初期投入温度、昇温速度、到達温度、及び到達温度での保持時間を適宜調整することにより、デバイスプロセスにミートする酸素析出物の導入が可能である。

[実施例B1]

図8に、投入温度を $450 \sim 600^\circ\text{C}$ まで変化させ、 750°C まで 0.5°C/min の速度にて昇温し、 $750^\circ\text{C} \times 4$ 時間の等温処理を行った後に、シミュレーション熱処理を行ったときの酸素析出物密度の面内分布を示す。この図8より、投入温度が 500°C 以下の場合に析出物密度が均一化するということが判る。

[実施例B2]

図9に、 500°C の投入温度から 750°C の到達温度までの昇温速度を $0.5 \sim 1.5^\circ\text{C/min}$ とし、到達温度にて4時間の等温処理を行った後に、シミュレーション熱処理を行ったときの酸素析出物密度の面内分布を示す。この図9より、昇温速度を 1.0°C/min 以下とした場合に析出物密度が均一化するということが判る。

[実施例B3]

図10に、 500°C の投入温度から 0.5°C/min の速度にて昇温し、到達温度を $650 \sim 800^\circ\text{C}$ まで変化させた後に、シミュレーション熱処理を行ったときの酸素析出物密度の面内分布を示す。この図10より、到達温度が 700°C 以上の場合に析出物密度が均一化するということが判る。

[実施例B4]

図11に、投入温度を 500°C とし 700°C まで 1.0°C/min の速度にて昇温し、 $700^\circ\text{C} \times 1$ 時間の等温処理条件において結晶中の酸素濃度を変化

3 1

させたときの酸素析出物密度の面内分布を示す。この図 1 1 より、酸素濃度に依らず、酸素析出物密度の面内分布均一性は維持されるということが判る。しかし、酸素濃度が $1.3 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ を越えるものについては、酸素析出物がウェハ表面まで顕在化してしまい、DZ層が認められなかった。

以上の結果から、空孔優勢領域および格子間シリコン優勢領域が面内に混在するシリコンウェハにおいて、結晶中の酸素濃度を $1.3 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以下の領域で制御し、本発明の熱処理を施すことで、ウェハ面内に均一に任意の密度の酸素析出物を導入することが可能であることが分かる。

<シリコン単結晶インゴット製造装置の好適な実施形態>

図 1 2 は本発明に係るシリコン単結晶インゴット製造装置の好適な実施形態を示す簡略縦断面図である。以下、図 1 2 を参照して、本発明に係るシリコン単結晶インゴット製造装置の一実施形態について説明する。

[全体構成]

本発明に係るシリコン単結晶インゴット製造装置は、通常の CZ 法シリコン単結晶インゴット製造装置と同様に、密閉容器たるチャンバー 2 1 内に、シリコン融液 2 2 の製造・貯蔵のためのルツボ 2 3 と、このルツボ 2 3 を加熱するためのヒータ 2 4 と、を備えている。そして、この他にも適宜、通常の CZ 法シリコン単結晶インゴット製造装置と同様に、ヒータ 2 4 に電力を供給する電極、ルツボ 2 3 を支持するルツボ受け、ルツボ 2 3 を回転させるベディスタル、ルツボを昇降させるルツボ昇降装置、断熱材、メルトレシーブ、内筒などが備え付けられるが、図面の簡略化のために図示しない。また、この装置には、シリコン融液 2 2 及びヒータ 2 4 からシリコンインゴット 2 7 への熱の輻射を遮蔽するための熱遮蔽体 2 8 と、この熱遮蔽体 2 8 の内側に配置されたクーラー 1 9 と、が備え付けられている。

更に、本発明に係るシリコン単結晶インゴット製造装置は、特に図示していないが、この種の CZ 法シリコン単結晶インゴット製造装置に通常装備される不活性ガスの導入・排気システムを備えている。そして、このようなシステム

3 2

下において、熱遮蔽体 28 は不活性ガスの流通路を調整する働きも兼ね備えている。

[クーラー]

本発明に係るシリコン単結晶インゴット製造装置において特徴的なことは、熱遮蔽体 28 の内側に、その中を冷却水が流通する配管で構成されたクーラー 19 が昇降自在に取り付けられていることである。本実施例においては、クーラー 19 は、引き上げ中の単結晶インゴットを取り巻く円筒部に螺旋状の冷却水配管 20 を内蔵し、チャンバー 21 の外側に設けられたクーラー昇降装置（図示せず）により、インゴットの軸方向に沿って昇降させることができる（特願平 9-275097 号参照）。このような昇降装置を実現するための機械的手段は例えばボールネジとロッドであるが、これに限定されるものではない。

配管で構成されているクーラー 19 の中には冷却水が流通されるが、冷却水は、供給管（図示せず）を介して供給される。この供給管を含む給排水管をチャンバー 21 内に貫入する個所には、蛇腹部材 29 が取り付けられており、これによって気密とフレキシビリティが保たれるようにされている。直胴部の形成中には、結晶欠陥形成に深く関係する所定箇所の温度勾配を適正に調整するために、クーラー 19 を同一の場所に固定しておく。

[テール部の形成]

次に、図 13 を参照しながら、本発明に係る単結晶インゴット製造装置を用いたテール部の形成工程について説明する。図面の簡略化のために、本発明の説明に直接関係ない部材については図示を省略する。

上述したように、クーラー 19 は直胴部形成中には、単結晶引き上げインゴットの所定の箇所に所望の温度勾配を与えるような位置（図中の A）に固定されている。そして、テール部の形成工程に移行するとき、クーラー 19 を B の位置まで引き上げる。これにより、クーラー 19 と融液表面との距離が広がり、その結果、引き上げられるインゴットの径が徐々に絞られる。

ここで、クーラー 19 を位置 B まで引き上げる際には、一気に引き上げるのではなく、徐々に引き上げるようにすることが好ましい。これは、融液表面か

3 3

らクーラー 19 までの距離を急激に広げると、直胴部の熱履歴が変わり、酸素の異常析出部が 2 カ所にできるなどの問題が生じてしまうためである。

なお、上記工程は、オペレータが直視しながら装置を操作することによっても実行可能であるが、通常は自動制御の方法によって行う。

〔テール部形成の動作フロー〕

図 14 は、本発明に適用可能なフィードバック自動制御のプロセスを、流れ図で示したものである。以下、図 14 を参照しながら制御の流れについて説明する。

まず、テール部の形成を開始 (S 4 1) すると、クーラー昇降機構を作動させ、所定量だけクーラー 19 を上昇させる (S 4 2)。つぎに、インゴットの結晶径が所望の大きさであるかどうかを比較する (S 4 3)。比較の結果、所望の結晶径が得られている場合には、そのままその位置でクーラー 19 を保持する (S 4 4)。しかしながら、もし所望の結晶径が得られていない場合には、実際に検出された結晶径が所望の結晶径よりも大きいか小さいかを判定する (S 4 5)。この結果、実際の結晶径が所望の値よりも大きい場合には、プロセス S 4 2 へ戻ってさらにクーラー 19 を上昇させ、その後は同じプロセスを繰り返す。

一方、実際に検出された結晶径が所望の値よりも小さい場合には、必要な量だけクーラー 19 を下降させる (S 4 6)。その後、制御プロセスは S 4 3 へ戻り、実際の結晶径と所望の結晶径とが比較される。

上記の制御プロセスを繰り返すことにより、所与の条件に合った結晶インゴットのテール部を形成することができるようになる。上記実施形態においては、クーラー 19 を昇降装置によって昇降させているが、融液表面とクーラー 19 の距離を広げるための他の方法、すなわちルツボ 23 を昇降させてもよく、またクーラー 19 の昇降とルツボの昇降とを組み合わせてもよい。ここで、ルツボ 23 は図示しないルツボ昇降装置により昇降させられているので、このルツボ昇降装置を操作することにより、ルツボ 23 の上げ下げを自在に行うことができる。図示しない昇降装置の操作は、オペレータが行ってもよく、上記

3 4

したようなフィードバック自動制御方法において行うようにしてもよい。これらのことは、クーラー 19 の昇降とルツボ 23 の昇降とを組み合わせたケースにおいても同様である。

〔結果〕

ここで、単結晶インゴットと原料融液との固液界面からのクーラー 19 の遠ざけを、1)クーラー昇降装置によりクーラー 19 を上昇させる、2)ルツボ昇降装置によりルツボ 23 を下降させる、3)上記1)及び2)の両方を行う、という方法によって行った場合の結果を図 15 及び表 C 1 に示す。

表 C 1

	引上げ 本数	テールでの有転位 本数	使用黒鉛坩堝 個数
従来技術	20	12	2
本発明 1)	20	3	1
本発明 2)	20	0	1
本発明 3)	20	1	1

図 15 より、本発明に係る方法を実行した場合には、従来と比較して、電力消費量を著しく低減することができるということが分かる。また、表 C 1 より、本発明に係る方法を適用した場合には、テール部に生じる有転位本数を低減することができるため、単結晶化率が向上することが分かる。同時に、電力量の低減に伴って過熱が避けられるがゆえに黒鉛ルツボに与える負荷が少なくて済むので、同一本数の単結晶を引き上げた場合に、使用される黒鉛ルツボの数が少なくて済み、経済的であるということも分かる。

〔ホットゾーンの強制冷却〕

次に、単結晶インゴットの引き上げ終了後における、クーラー 19 を用いたホットゾーンの強制冷却について説明する。

テール部の形成が終わると、単結晶インゴットの製造工程は完了する。ここで、本発明においては、図 16 に示されるように、テール部の形成終了後、引き上げられていたクーラー 19 を再度ルツボ 23 に向かって下降させ（図中の

3 5

C)、ルツボ23を含むホットゾーンを強制的に冷却する。これにより、次の製造工程への移行時間を短縮することができ、全体として製造サイクルの短縮が達成される。

ホットゾーンの炉内部品の中でもっとも高い熱を持つ部品はルツボ23であるので、クーラー19をルツボ23にできるだけ近接させて、ルツボの冷却を促進することが望ましい。ここで、熱遮蔽体28がクーラー19の下降を妨げる場合には、熱遮蔽体28を共に下降させるか、または熱遮蔽体28をクーラー19の通り道を作るように炉の外側方向に移動するような構造としてもよい。

産業上の利用可能性

本発明に係る方法もしくは装置によれば、従来と比較して、成長欠陥を含まないシリコン完全単結晶の領域が多いシリコン単結晶インゴットを安定して製造することができる。このため、成長欠陥を含まないシリコン完全単結晶ウェーハを確実かつ大量に供給でき、最終的にはIC製品の歩留まりを著しく向上させることができる。

また、本発明によれば、空孔優勢領域および格子間シリコン優勢領域が面内に混在するシリコンウェハにおいて、酸素濃度を $1.3 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以下に制御し、初期投入熱処理温度を少なくとも約 500°C 以下とし、少なくとも約 700°C から約 900°C まで 1°C/min 以下の速度で昇温することにより、任意の酸素酸素析出物密度レベルにウェハ面内分布を均一化することが実現できた。

従って、本発明によれば、空孔優勢領域および格子間シリコン優勢領域が面内に混在するシリコンウェハにおいて、酸素析出物密度のウェハ面内分布が均一化したシリコン単結晶ウェハを得ることができるので、デバイスプロセスに適した高品質なシリコンウェハを製造することが可能となる。

更にまた、本発明に係る単結晶インゴット製造装置、その制御方法、および単結晶インゴットの製造方法は、単結晶インゴットのテール部形成時において、安定な単結晶引き上げ、および消費電力の低減を可能にする。また、テール部

3 6

形成時に加える熱量を少なくできるので、ルツボに代表される炉内部品への負荷を軽減でき、部品の寿命を長くすることが可能となる。さらに、本発明に係る単結晶インゴット製造装置およびその制御方法は、単結晶インゴット製造後におけるホットゾーンの冷却時間を短縮し、単結晶インゴット製造サイクルの短縮（効率化）を可能にする。そして、これらの効果は、完全結晶の製造効率の向上という観点からすれば、極めて好ましい効果である。

37

請求の範囲

1. チョクラルスキー法により、以下の条件でシリコン単結晶インゴットを製造する方法。

(a) 結晶中心位置と結晶外周までの位置との間の V/G 値 $= 0.16 \sim 0.18 \text{ mm}^2 / ^\circ\text{C} \cdot \text{min}$

(b) $G_{\text{outer}} / G_{\text{center}} \leq 1.10$

ここで、 V (mm/min) はチョクラルスキー法における引き上げ速度、 G ($^\circ\text{C}/\text{mm}$) はシリコン融点から 1350°C までの温度範囲における引き上げ軸方向の結晶内温度勾配の平均値、 G_{outer} は結晶の外側面における G 値、 G_{center} は結晶中心における G 値である。

2. チョクラルスキー法シリコン単結晶製造装置に備え付けられている熱遮蔽体とシリコン融液との間の距離を変化させることにより、前記 (a) 及び (b) の条件の調整を行うことを特徴とする請求項 1 記載のシリコン単結晶インゴット製造方法。

3. チョクラルスキー法によるシリコン単結晶インゴットの製造の際に、シリコン単結晶インゴットの引き上げ速度を変化させることにより、前記 (a) 及び (b) の条件の調整を行うことを特徴とする請求項 1 または 2 記載のシリコン単結晶インゴットの製造方法。

4. 請求項 1 から 3 いずれか 1 項に記載のシリコン単結晶インゴットから得られる、成長欠陥が低減されているシリコン単結晶ウェーハ。

5. 請求項 1 から 3 いずれか 1 項に記載のシリコン単結晶インゴットから得られる、成長欠陥を含まないシリコン完全単結晶ウェーハ。

38

6. チョクラルスキー法シリコン単結晶製造装置に備え付けられている熱遮蔽体とシリコン融液との間の距離を調整しながらシリコン単結晶インゴットの製造を行うことを特徴とするシリコン単結晶インゴット製造方法。

7. シリコン融液を貯留しかつ回転及び上下駆動をするルツボ体と、前記シリコン融液からシリコン単結晶インゴットを回転させながら引き上げる引上げ体と、前記ルツボ体を加熱する発熱体と、前記発熱体からの輻射熱を遮蔽するための熱遮蔽体と、を密閉容器内に備えるチョクラルスキー法シリコン単結晶製造装置において、

シリコン単結晶インゴットの引き上げ軸方向の結晶内温度勾配を変化させるために前記熱遮蔽体を動かす駆動機構を備えることを特徴とするシリコン単結晶インゴット製造装置。

8. チョクラルスキー法シリコン単結晶製造装置に備え付けられている熱遮蔽体とシリコン融液との間の距離を調整することにより、同法によるシリコン単結晶インゴットの引き上げ速度を変化させることと同等の効果を得る方法。

9. チョクラルスキー法により作製される完全結晶に係るシリコン単結晶ウェハに対する熱処理方法であって、

熱処理の対象となるシリコン単結晶ウェハの初期投入熱処理温度を 500°C 以下とし、当該初期投入熱処理温度から「 $700^{\circ}\text{C}\sim 900^{\circ}\text{C}$ 」の間で設定した到達温度までの温度範囲における昇温速度を $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 以下に設定することを特徴とするシリコン単結晶ウェハの熱処理方法。

10. チョクラルスキー法により作製される完全結晶に係るシリコン単結晶ウェハに対する熱処理方法において、

熱処理の対象となるシリコン単結晶ウェハの初期投入熱処理温度を 500°C 以下とし、かつ、当該初期投入熱処理温度から「 $700^{\circ}\text{C}\sim 900^{\circ}\text{C}$ 」の間で

39

設定した到達温度までの温度範囲における昇温速度を $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 以下に設定することにより、熱処理後のシリコン単結晶ウェハの酸素析出物密度の分布を均一にする方法。

11. チョクラルスキー法により作製される完全結晶に係るシリコン単結晶ウェハに対する熱処理方法において、

熱処理の対象となるシリコン単結晶ウェハの初期投入熱処理温度、及び、当該初期投入熱処理温度から「 $700^{\circ}\text{C} \sim 900^{\circ}\text{C}$ 」の間で設定した到達温度までの温度範囲における昇温速度、を調整することにより、熱処理後のシリコン単結晶ウェハの酸素析出物密度の分布を調整する方法。

12. 完全結晶の酸素濃度が $1.3 \times 10^{17} \text{ atoms}/\text{cm}^3$ 以下であることを特徴とする請求項9記載の方法。

13. 請求項12記載の方法により作製されたシリコン単結晶ウェハ。

14. 原料融液から引き上げ中の単結晶インゴット（以下、単結晶引き上げインゴット）の所定個所の冷却を行うクーラーを炉内に備えるチョクラルスキー法（以下、CZ法）単結晶インゴット製造装置を制御する方法であって、

前記単結晶引き上げインゴットのテール部を形成する際に、前記単結晶インゴットと前記原料融液との固液界面から前記クーラーを遠ざけることにより単結晶インゴット製造装置の電力消費量を低減する方法。

15. 加熱されたルツボ内の原料融液から単結晶インゴットの引き上げを行うチョクラルスキー法（以下、CZ法）単結晶インゴット製造装置であって、引き上げ中の単結晶インゴットの所定個所の冷却を行うクーラーを炉内に備えるCZ法単結晶インゴット製造装置を制御する方法であって、

前記単結晶インゴットを前記原料融液から引き上げた後に、前記クーラーと

40

加熱が終了したルツボとを近づけることにより単結晶インゴットの製造時間を短縮する方法。

16. 前記単結晶インゴットは、完全結晶の部分を含む単結晶インゴットであることを特徴とする請求項15記載の方法。

17. 加熱されたルツボ内の原料融液から引き上げ中の単結晶インゴット（以下、単結晶引き上げインゴット）の所定個所の冷却を行うクーラーを炉内に備えるチョクラルスキー法（以下、CZ法）単結晶インゴット製造装置であって、
前記単結晶引き上げインゴットのテール部を形成する際に、前記単結晶インゴットと前記原料融液との固液界面から前記クーラーを遠ざけるために前記クーラーが上昇することを特徴とするCZ法単結晶インゴット製造装置。

18. 加熱されたルツボ内の原料融液から引き上げ中の単結晶インゴットの所定個所の冷却を行うクーラーを炉内に備えるチョクラルスキー法（以下、CZ法）単結晶インゴット製造装置であって、

前記単結晶インゴットを前記原料融液から引き上げた後に、加熱が終了したルツボを冷却するためにクーラーが下降することを特徴とするCZ法単結晶インゴット製造装置。

19. 前記ルツボ内にまでクーラーが下降することを特徴とする請求項18記載のCZ法単結晶インゴット製造装置。

20. 加熱されたルツボ内の原料融液から引き上げ中の単結晶インゴットの所定個所の冷却を行うクーラーを炉内に備えるチョクラルスキー法（以下、CZ法）単結晶インゴット製造装置であって、

前記単結晶インゴットを前記原料融液から引き上げた後に、前記クーラーと加熱が終了したルツボとを近づけることによって当該ルツボの冷却を行うため

4 1

に当該ルツボを上昇させることを特徴とするC Z法単結晶インゴット製造装置。

2 1. 加熱されたルツボ内の原料融液から引き上げ中の単結晶インゴット（以下、単結晶引き上げインゴット）の所定個所の冷却を行うクーラーを炉内に備えるチョクラルスキー法（以下、C Z法）単結晶インゴット製造装置であって、

前記単結晶引き上げインゴットのテール部を形成する際に、前記単結晶インゴットと前記原料融液との固液界面から前記クーラーを遠ざけるために前記クーラーが上昇すると共に、前記単結晶インゴットを前記原料融液から引き上げた後に、加熱が終了したルツボを冷却するためにクーラーが下降することを特徴とするC Z法単結晶インゴット製造装置。

2 2. 加熱されたルツボ内の原料融液から引き上げ中の単結晶インゴット（以下、単結晶引き上げインゴット）の所定個所の冷却を行うクーラーを炉内に備えるチョクラルスキー法（以下、C Z法）単結晶インゴット製造装置を用いて単結晶インゴットを製造する方法において、

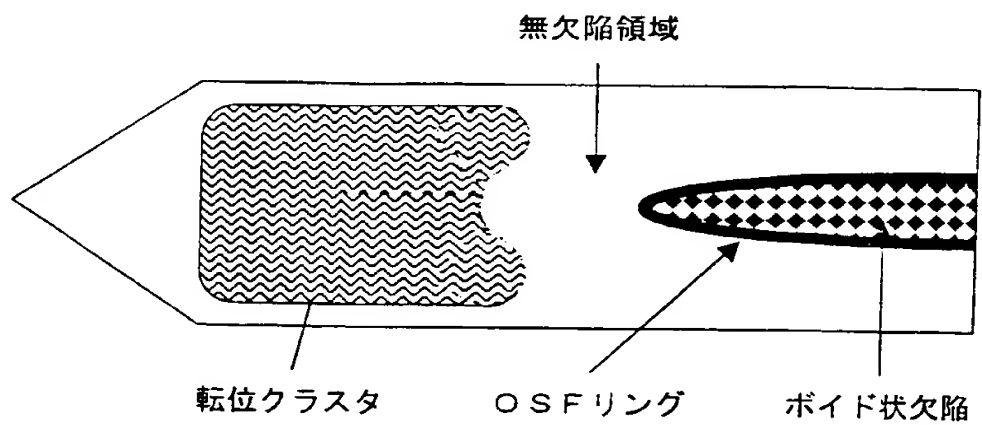
前記単結晶インゴットと前記原料融液との固液界面から前記クーラーの間の距離を変化させることにより前記単結晶引き上げインゴットの径の大きさを調整する方法。

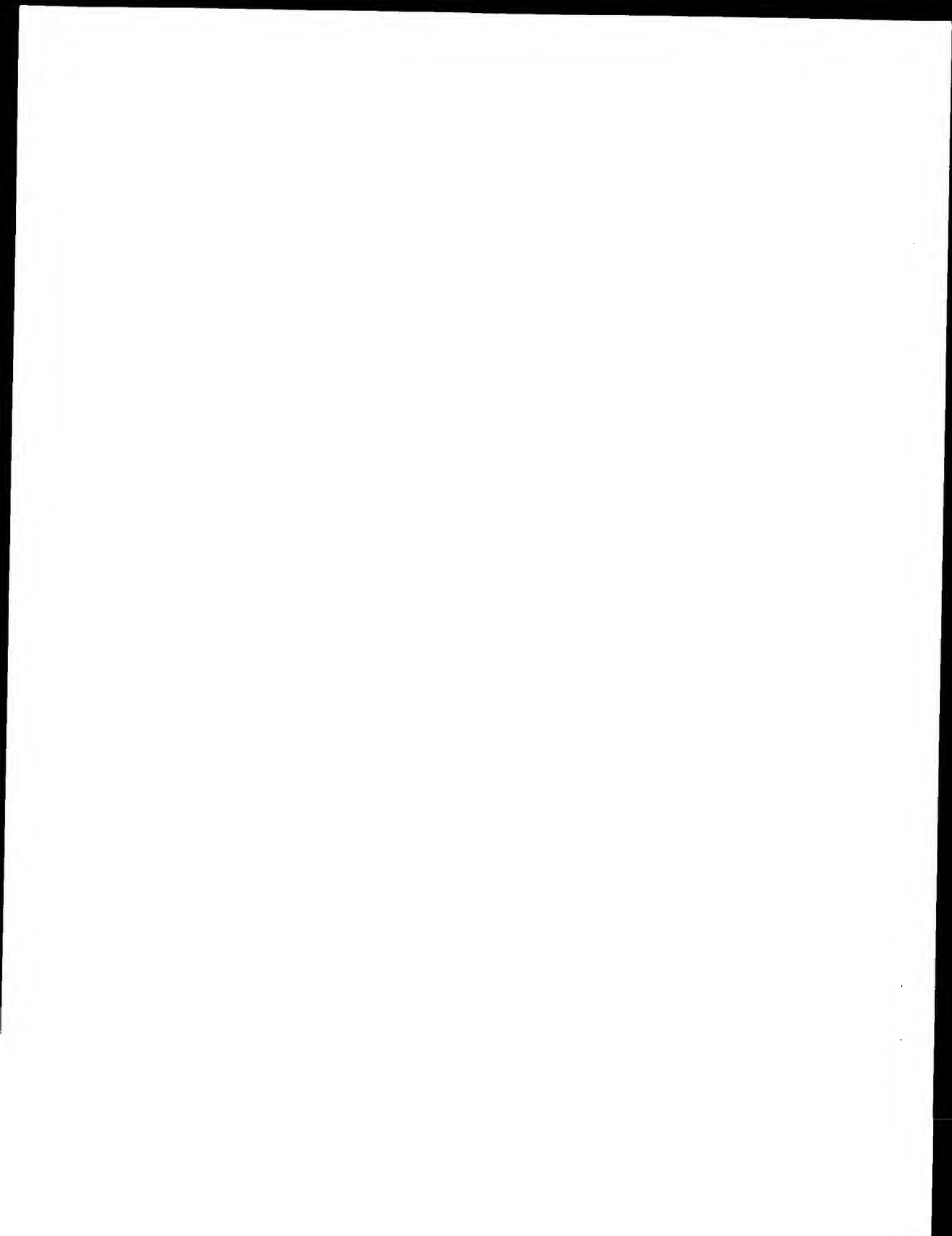
2 3. 前記単結晶インゴットは、完全結晶の部分を含む単結晶インゴットであることを特徴とする請求項 1 7 から請求項 2 1 いずれか 1 項に記載のC Z法単結晶インゴット製造装置。



1 / 16

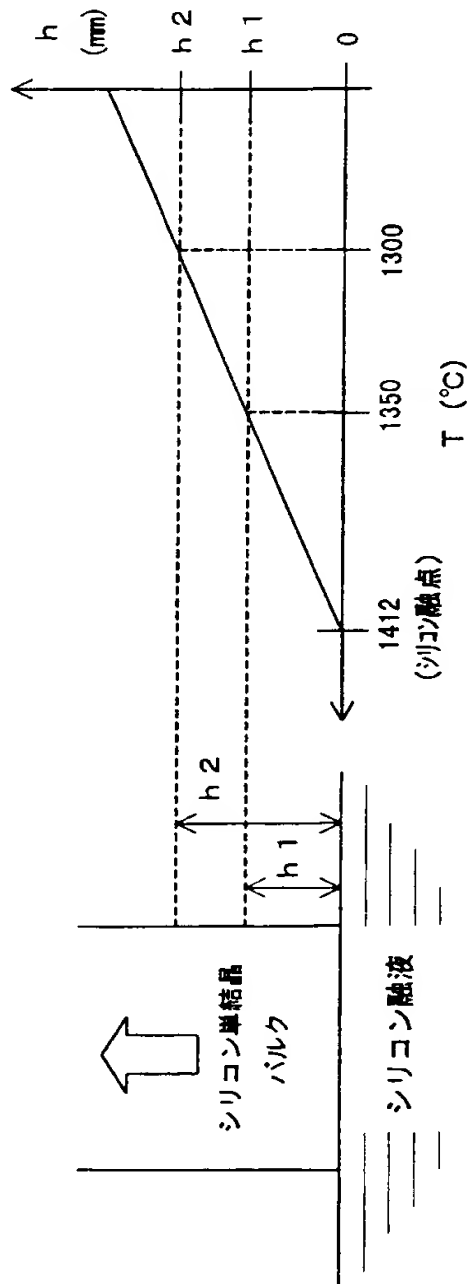
図 1





2 / 16

図 2



3 / 16

図 3

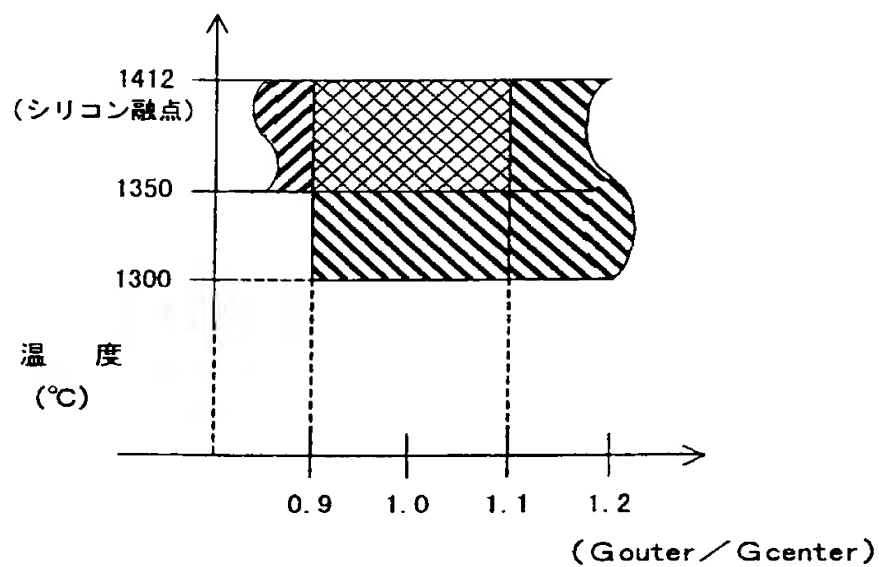
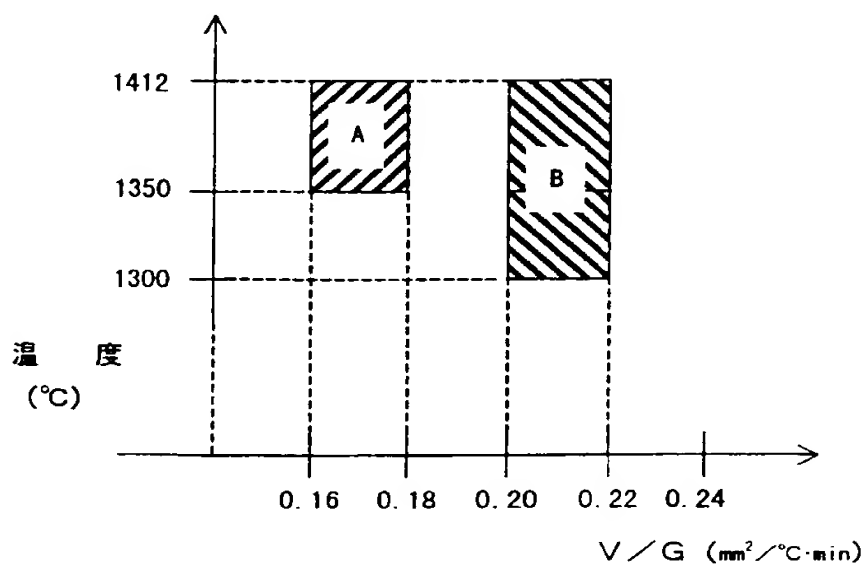
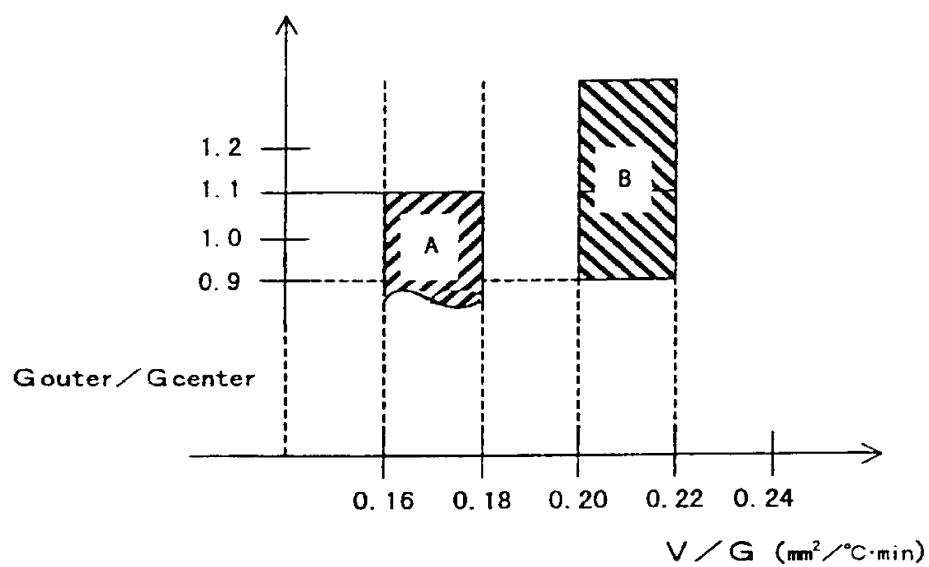


図 4



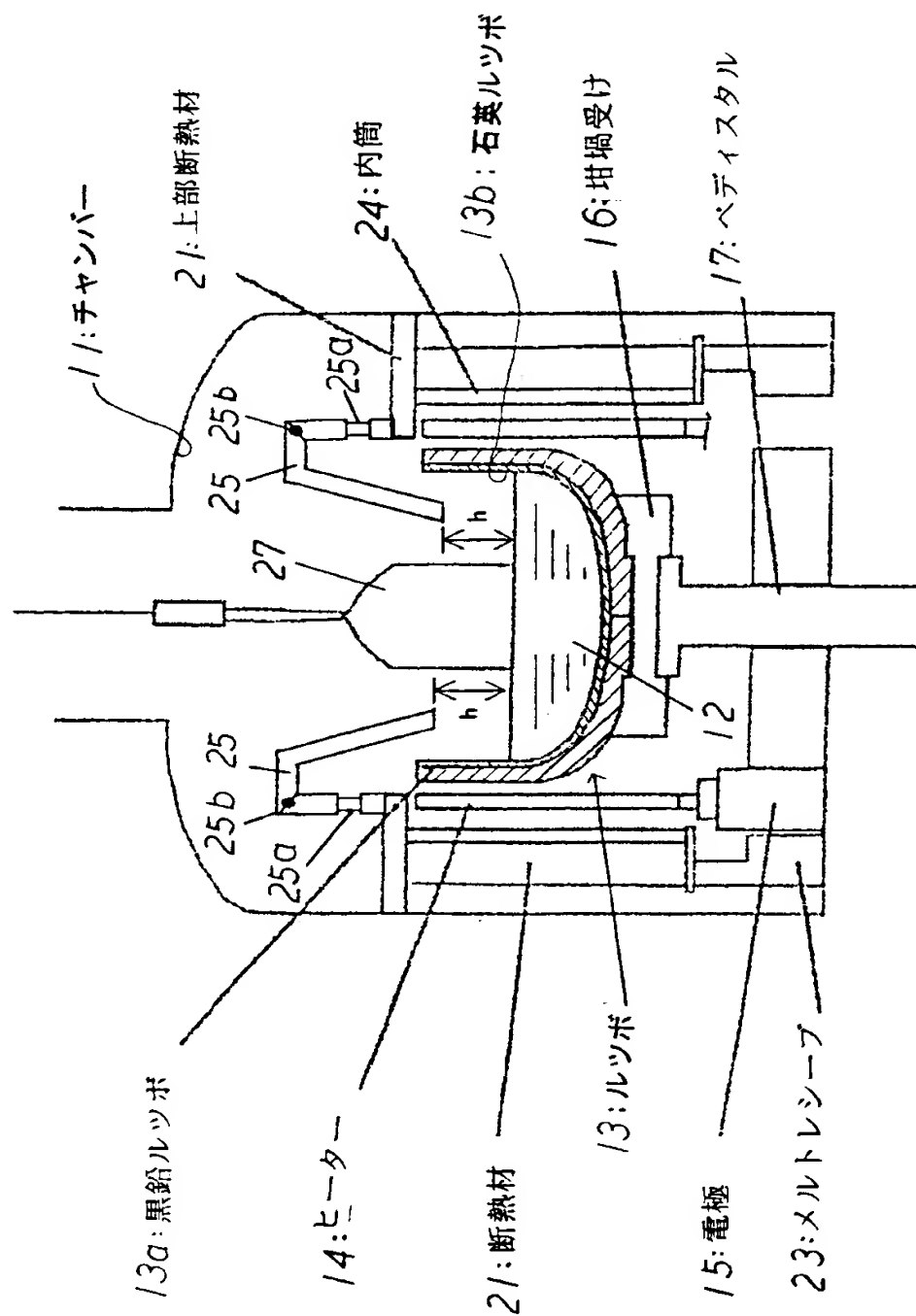
4 / 16

図 5



5 / 1 6

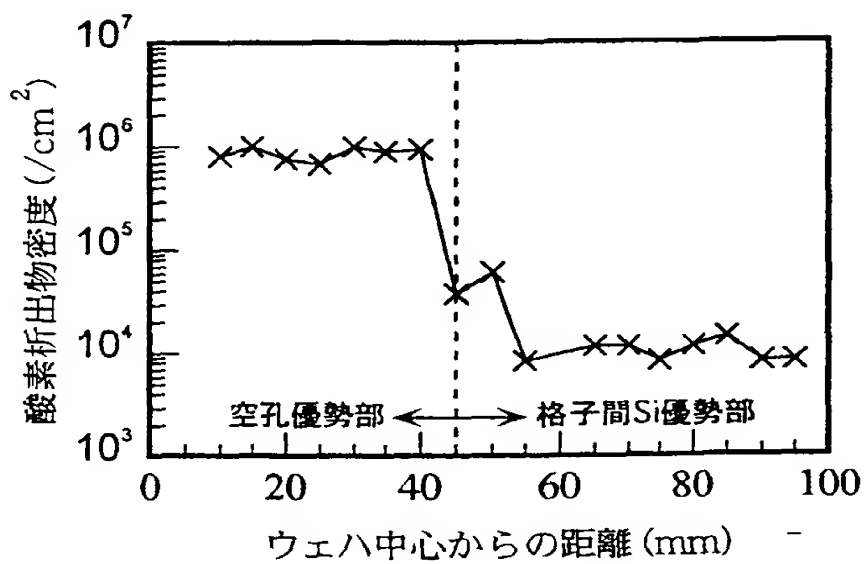
図 6





6 / 16

図 7





7 / 16

図 8

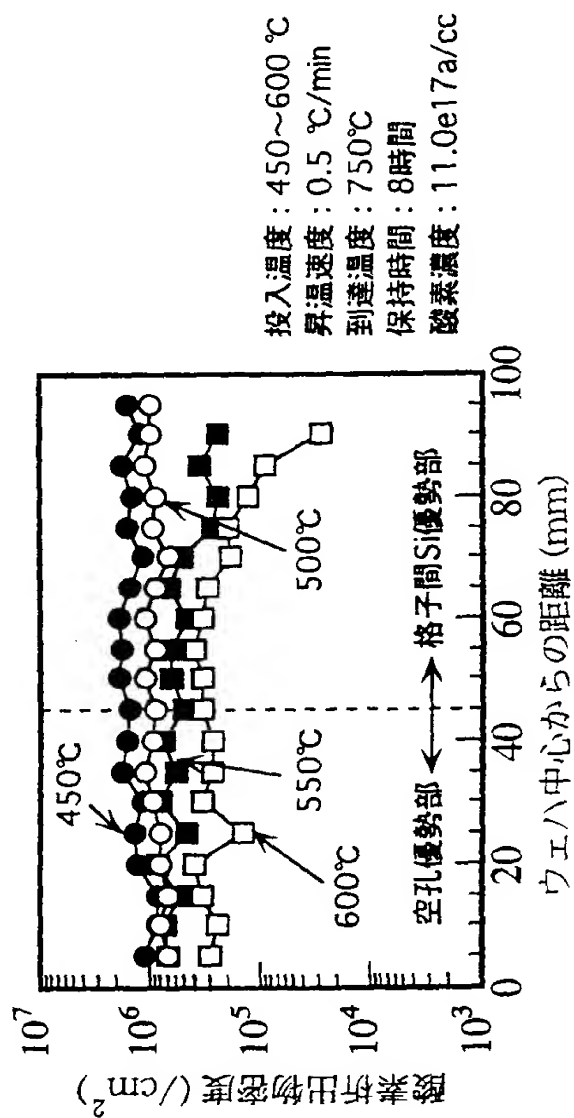
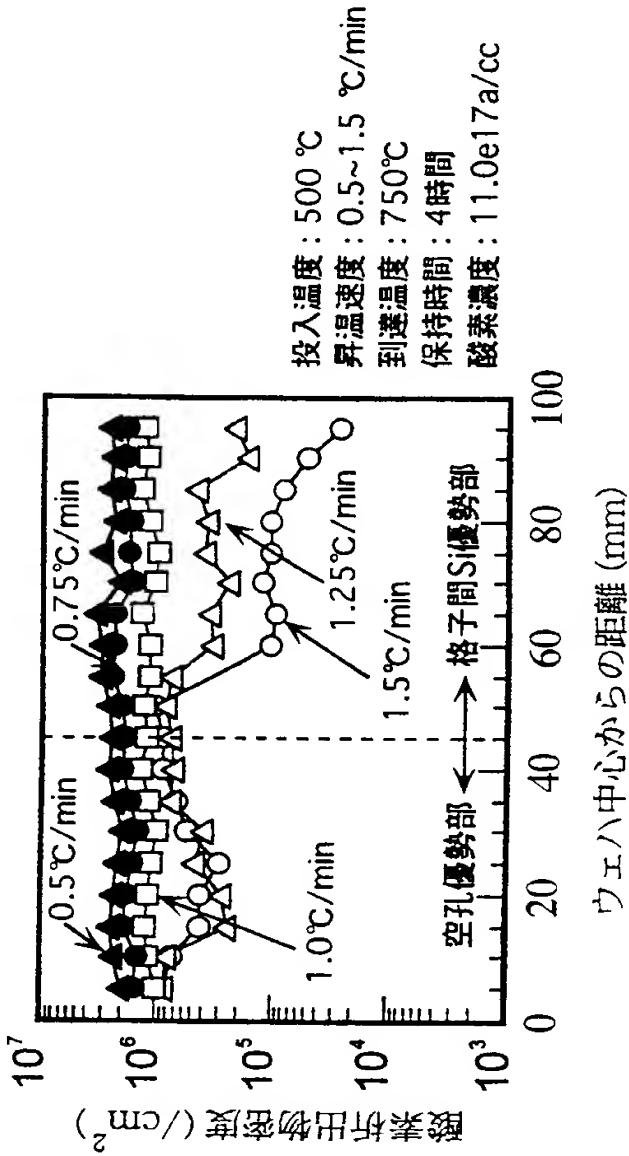
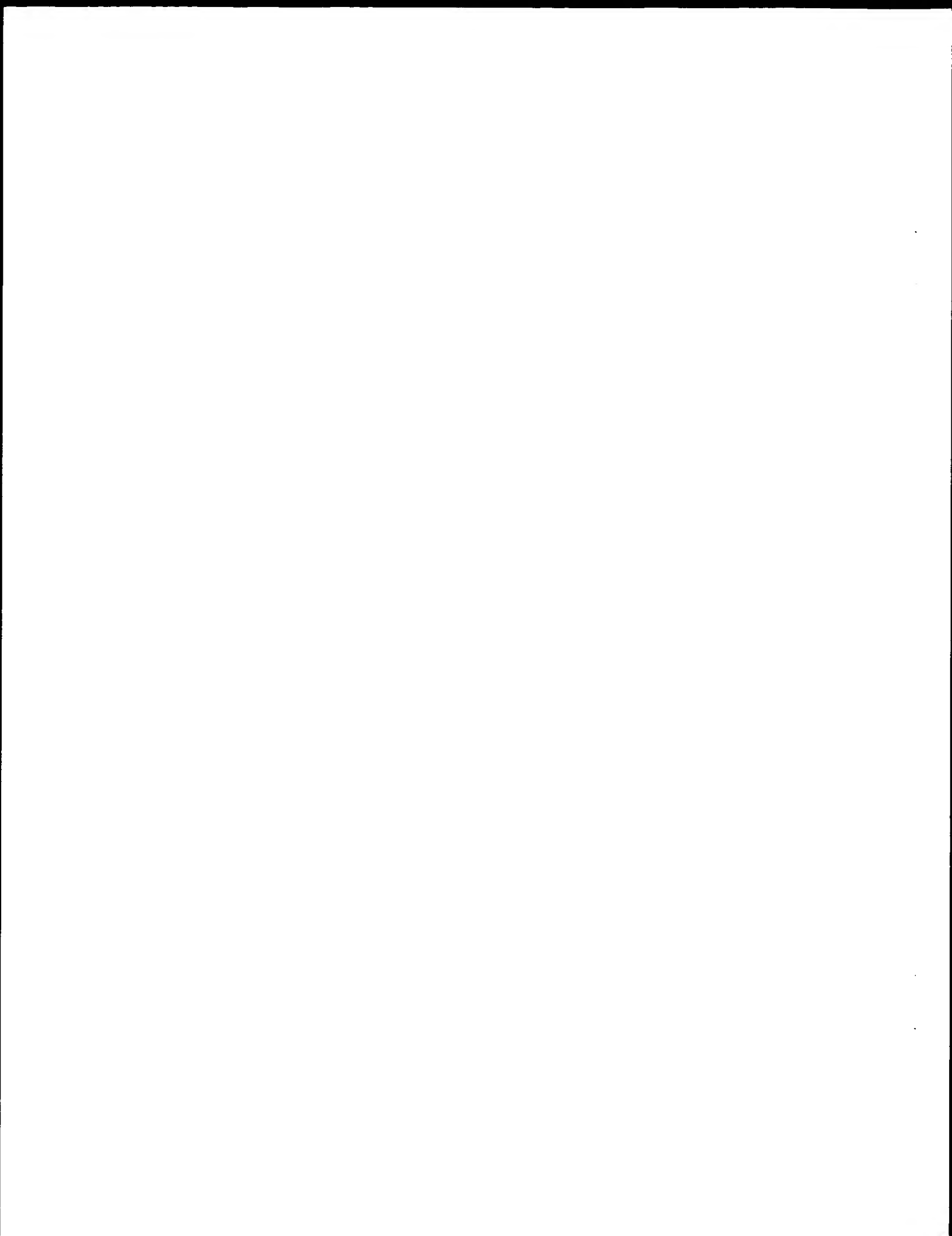


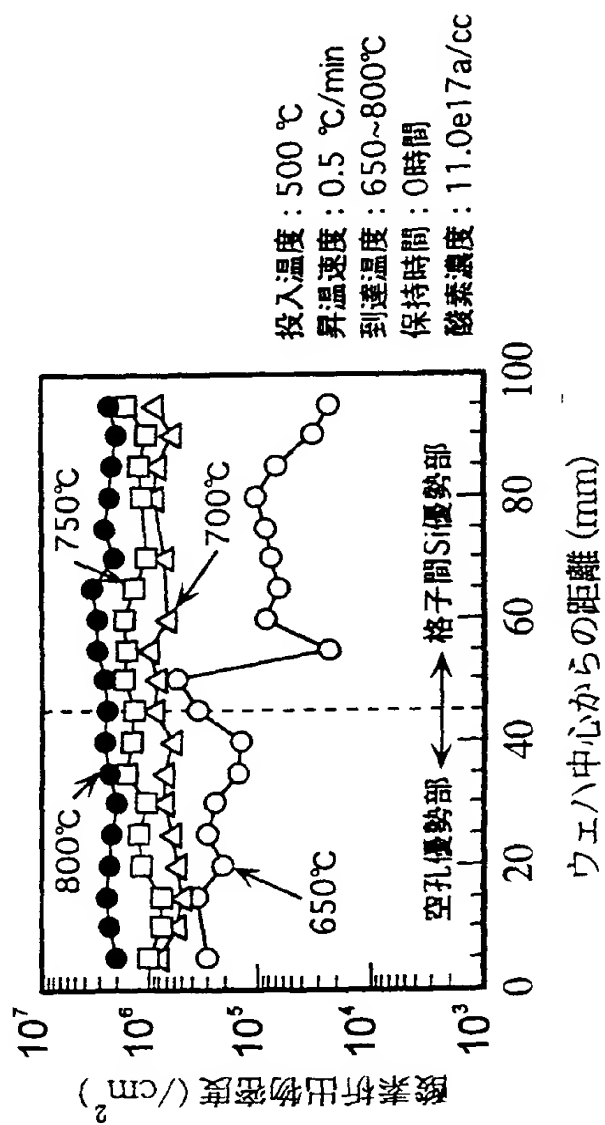
図 9

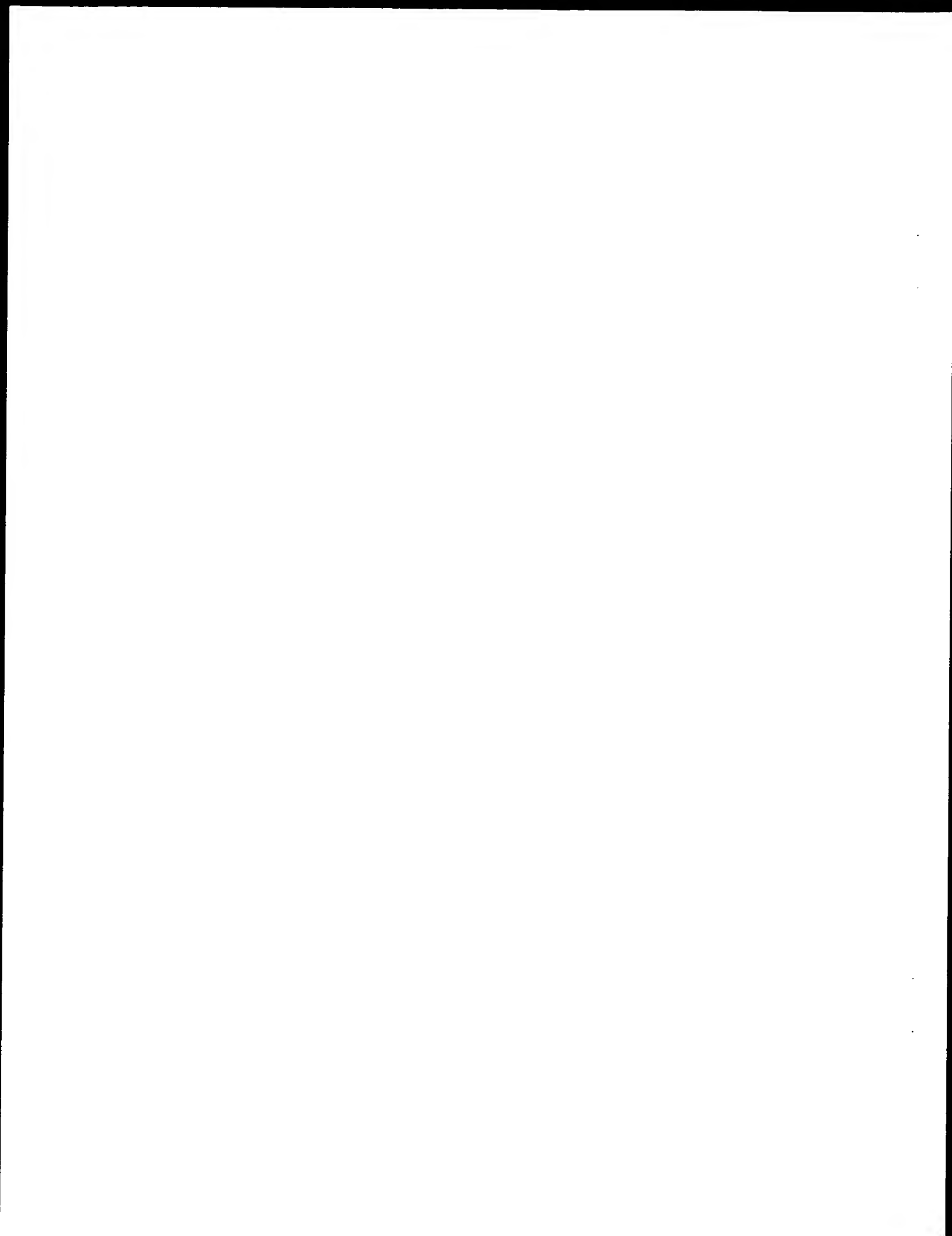




9 / 16

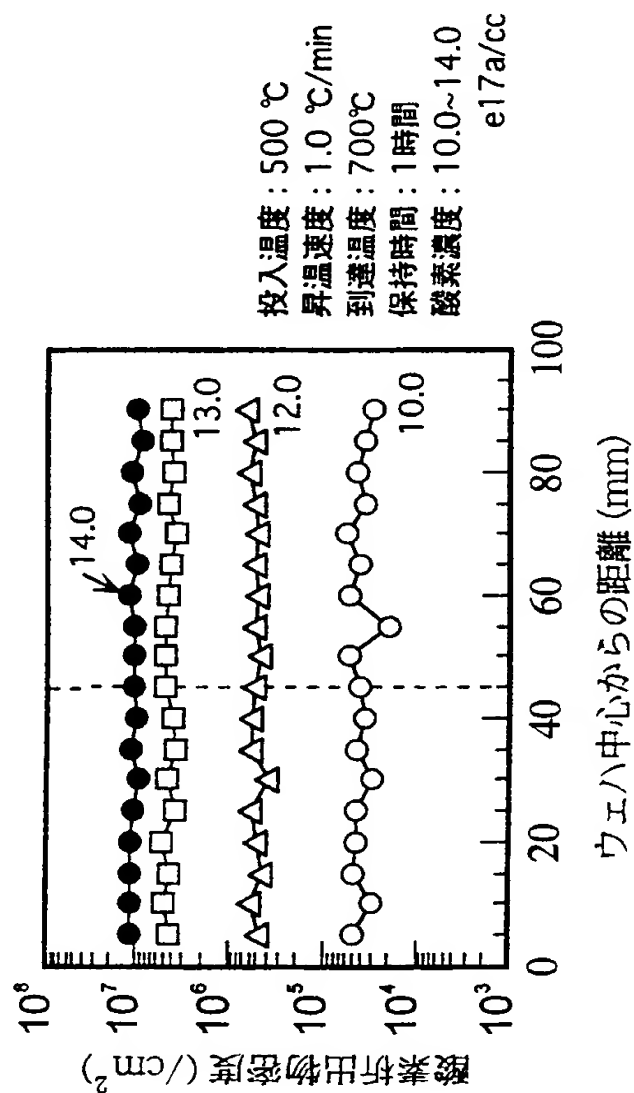
図 10





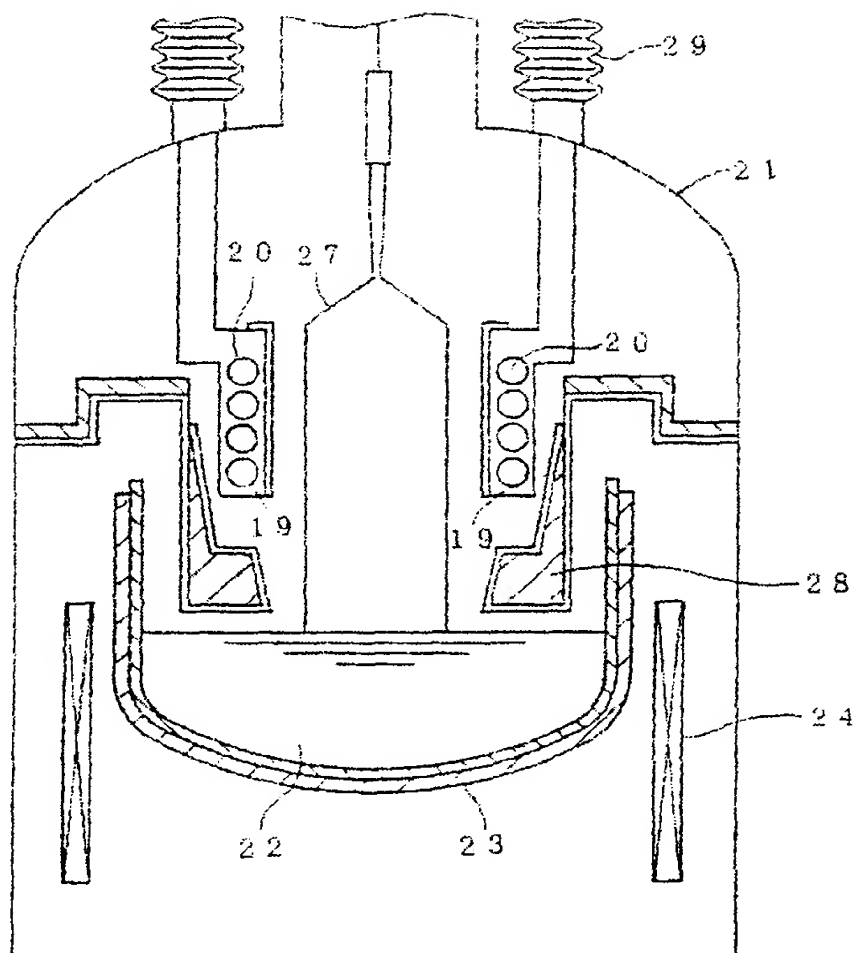
10 / 16

図 1 1



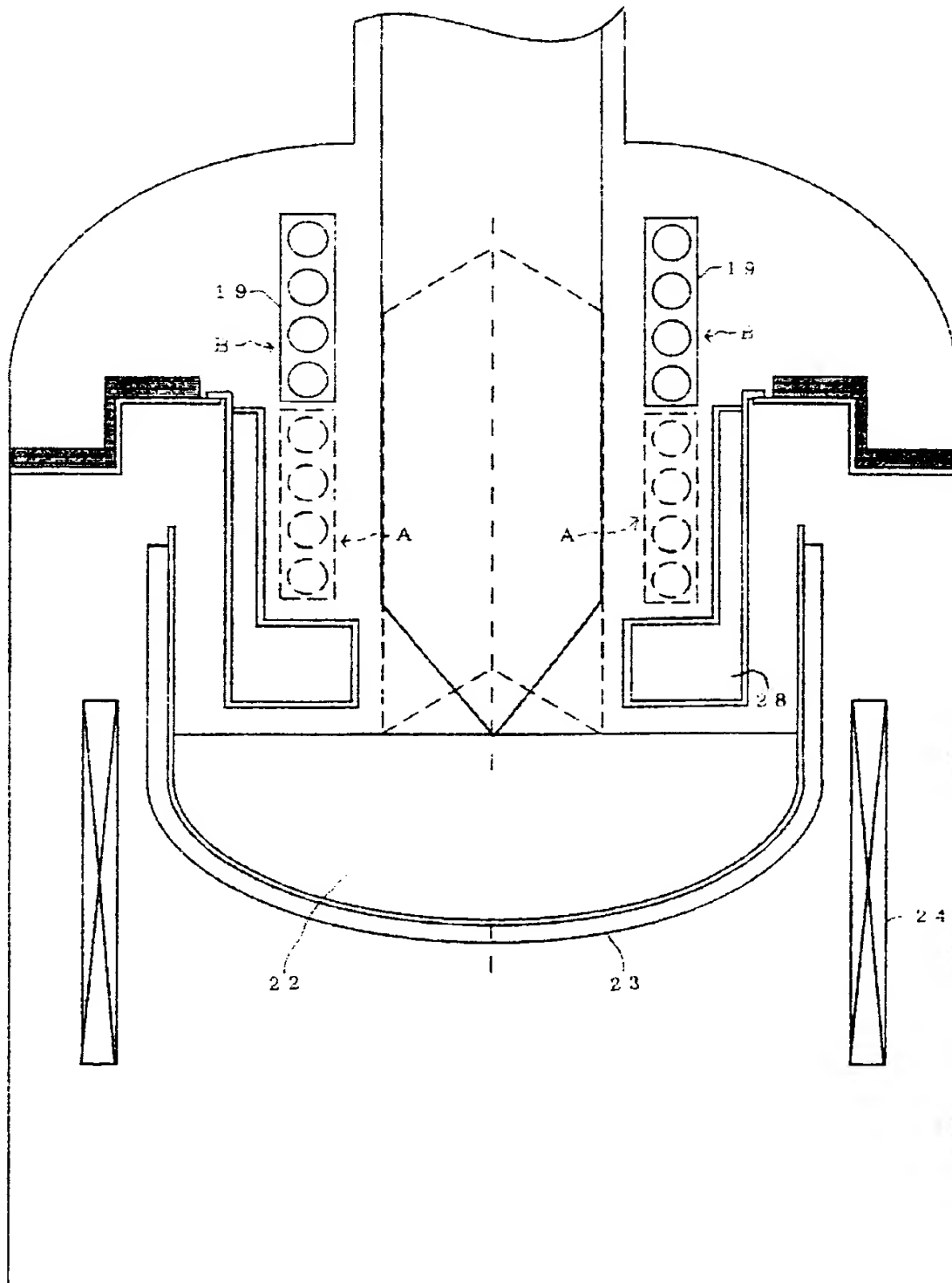
1 1 / 1 6

图 12



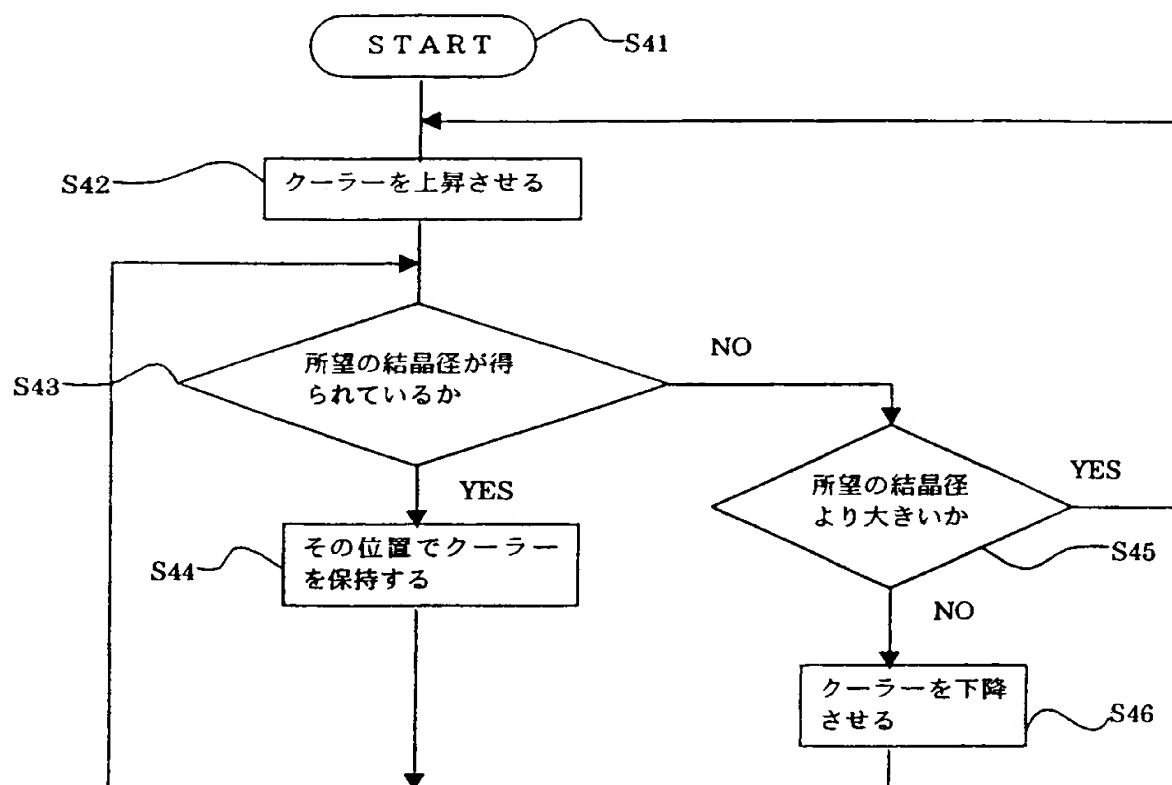
1 2 / 1 6

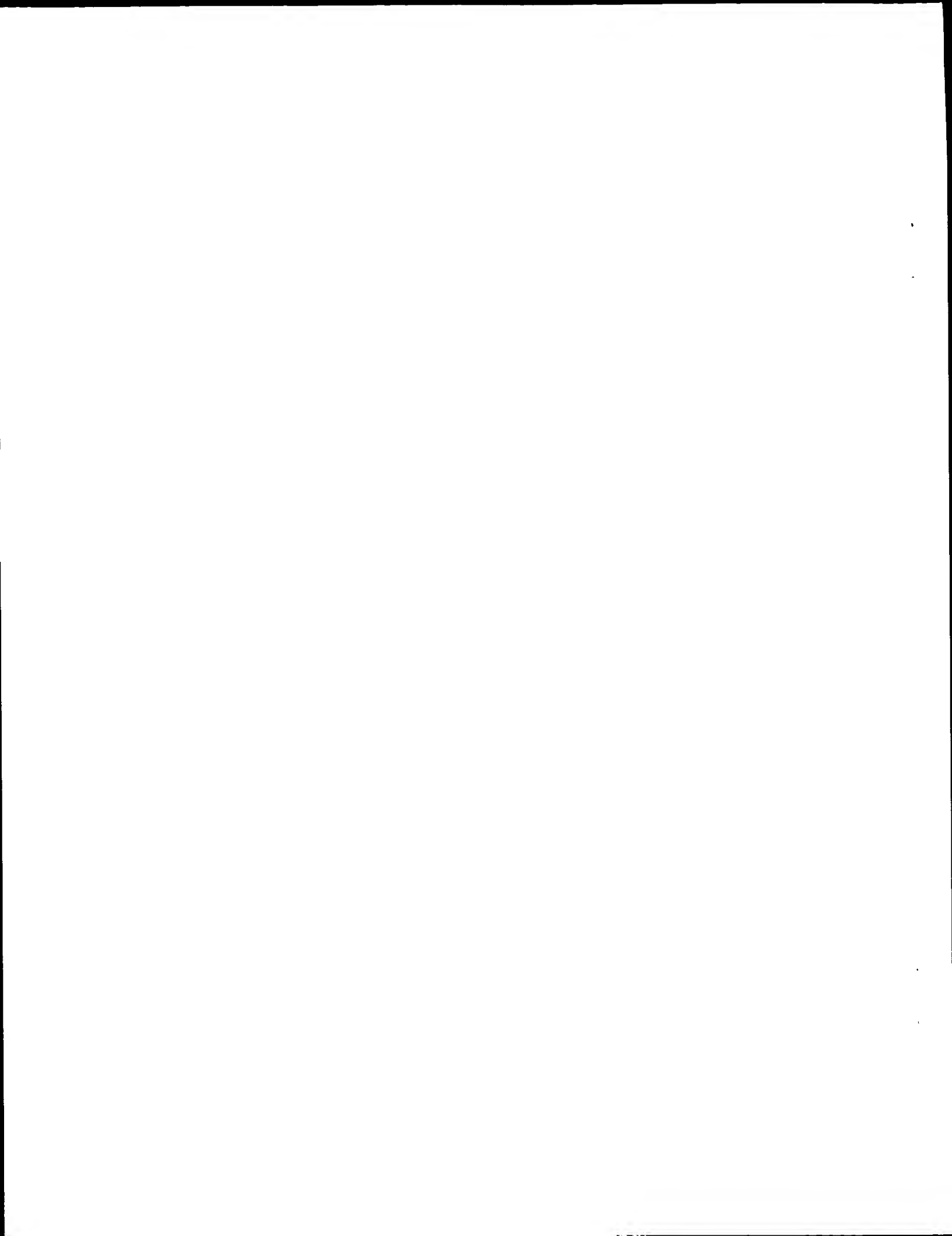
図 1 3



13 / 16

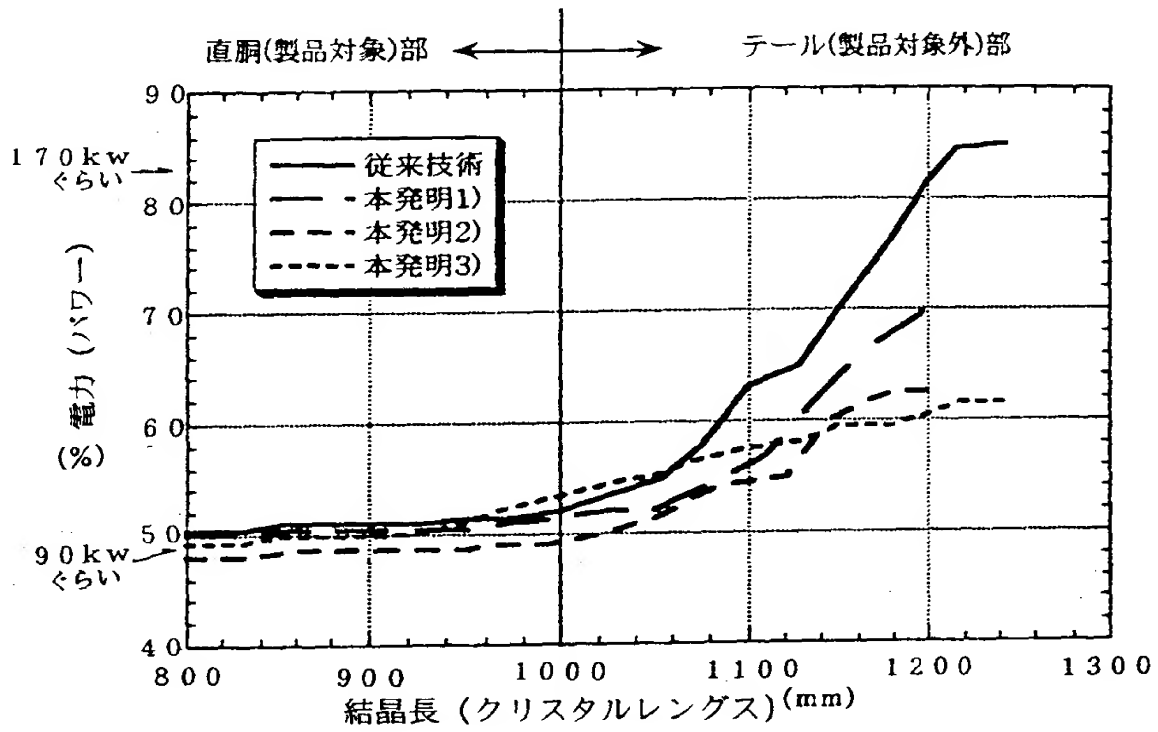
図 14

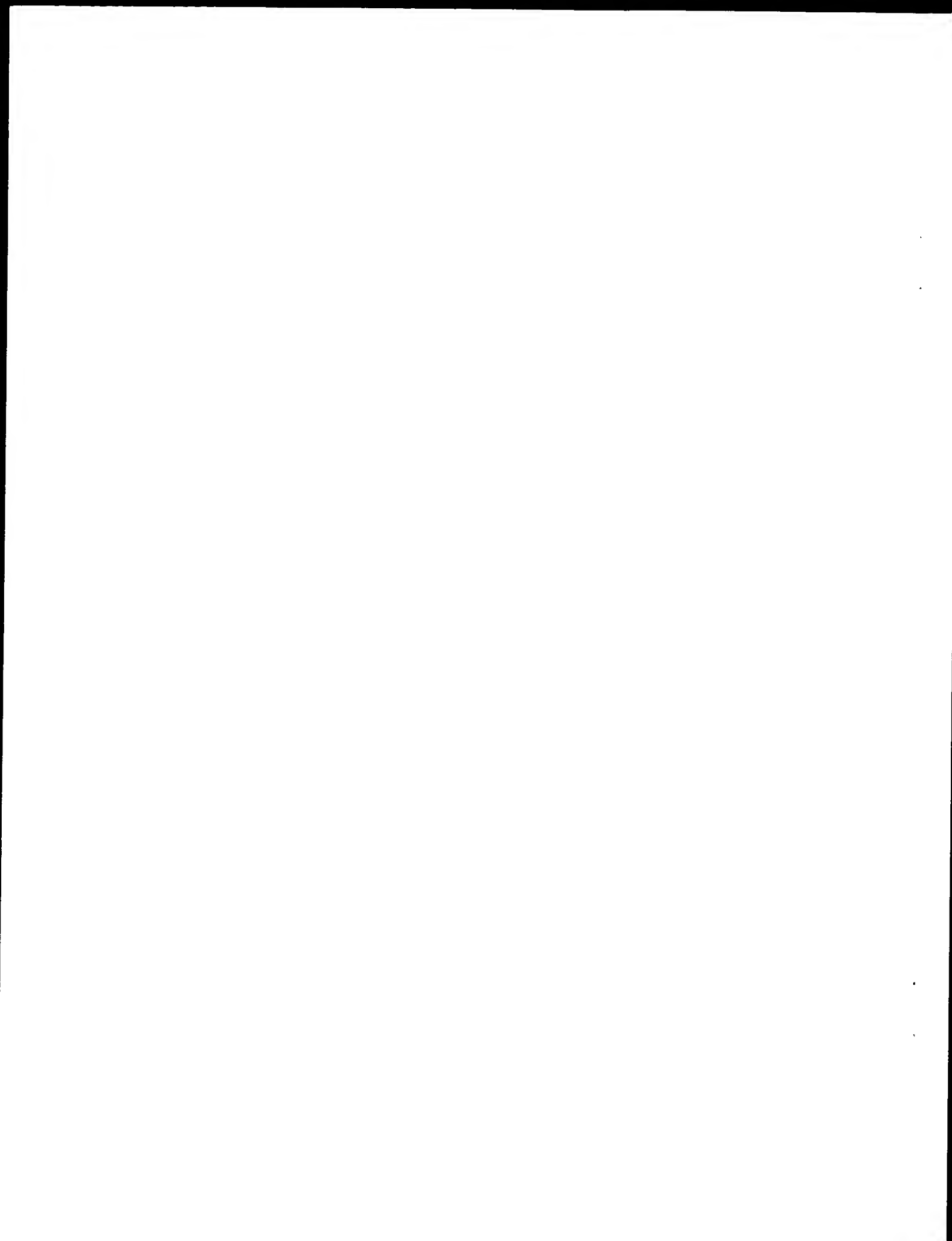




14 / 16

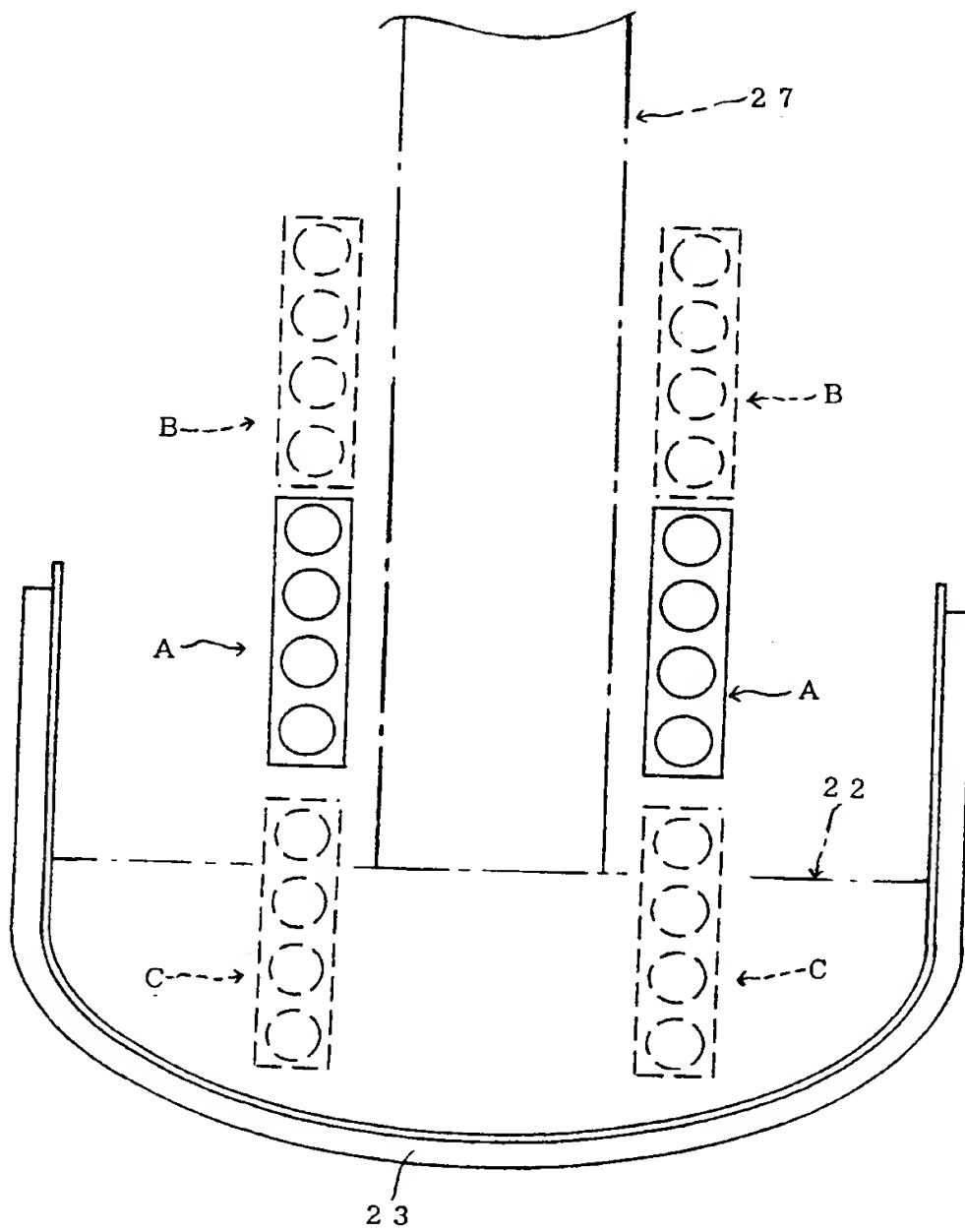
図15

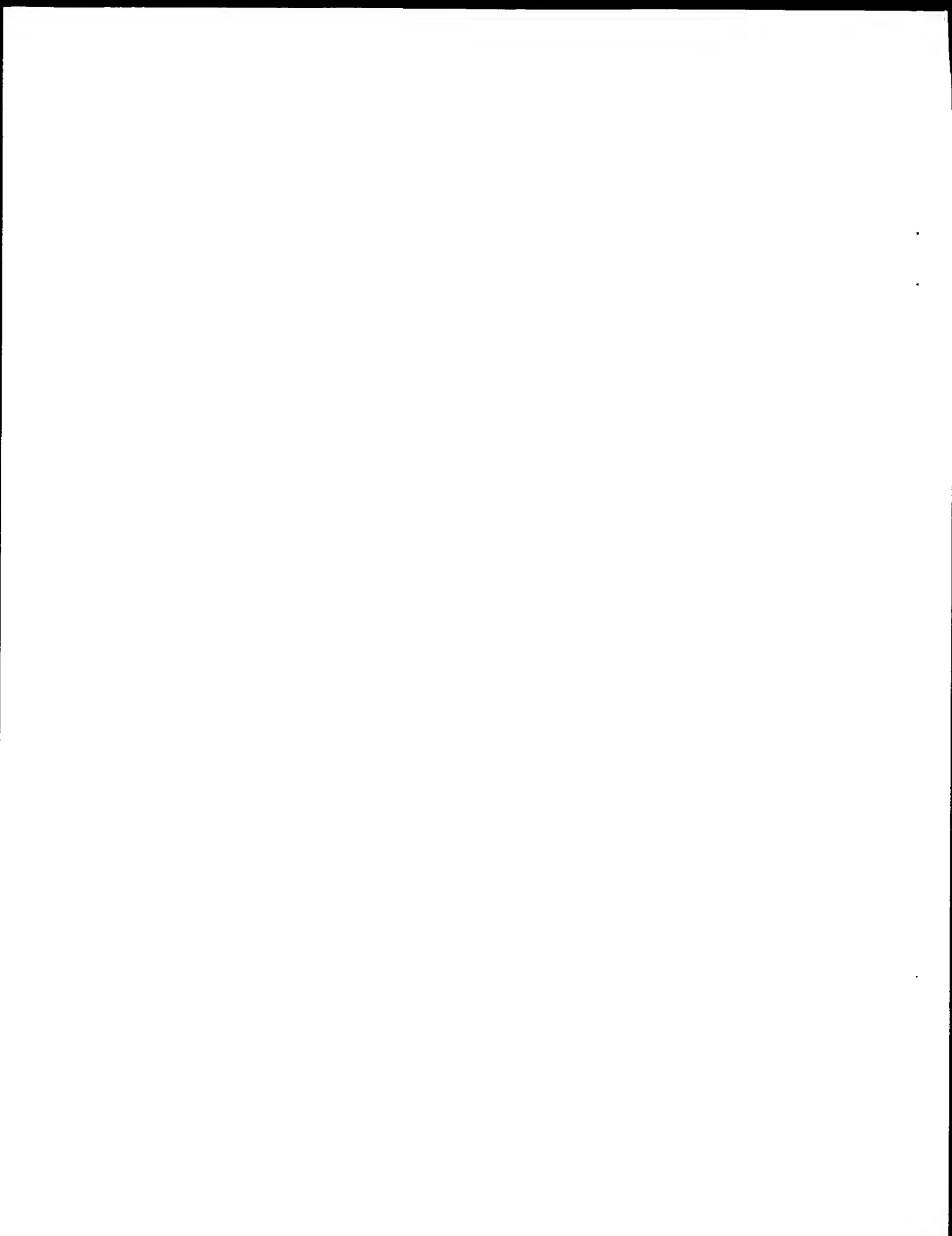




1 5 / 1 6

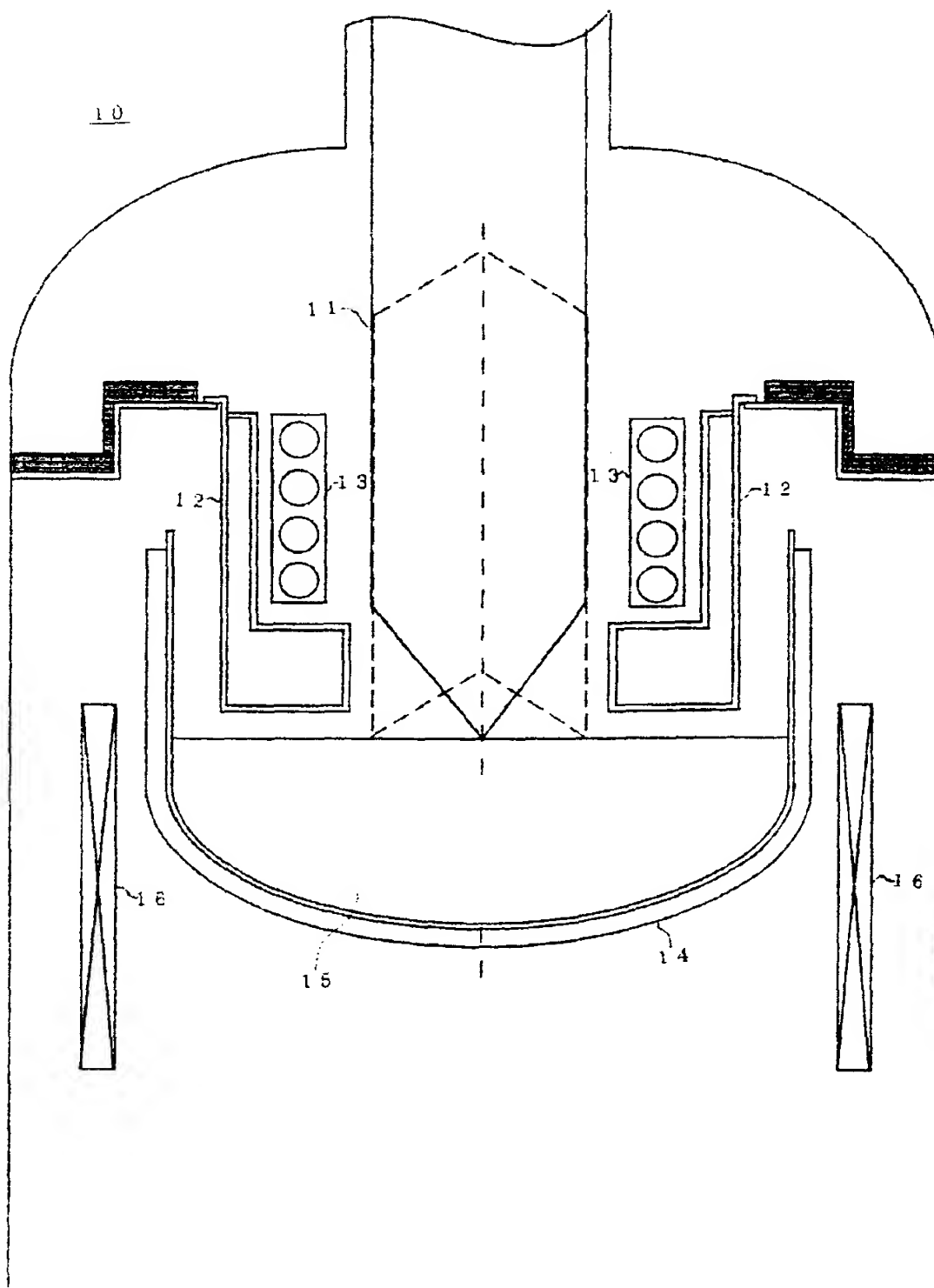
図 1 6

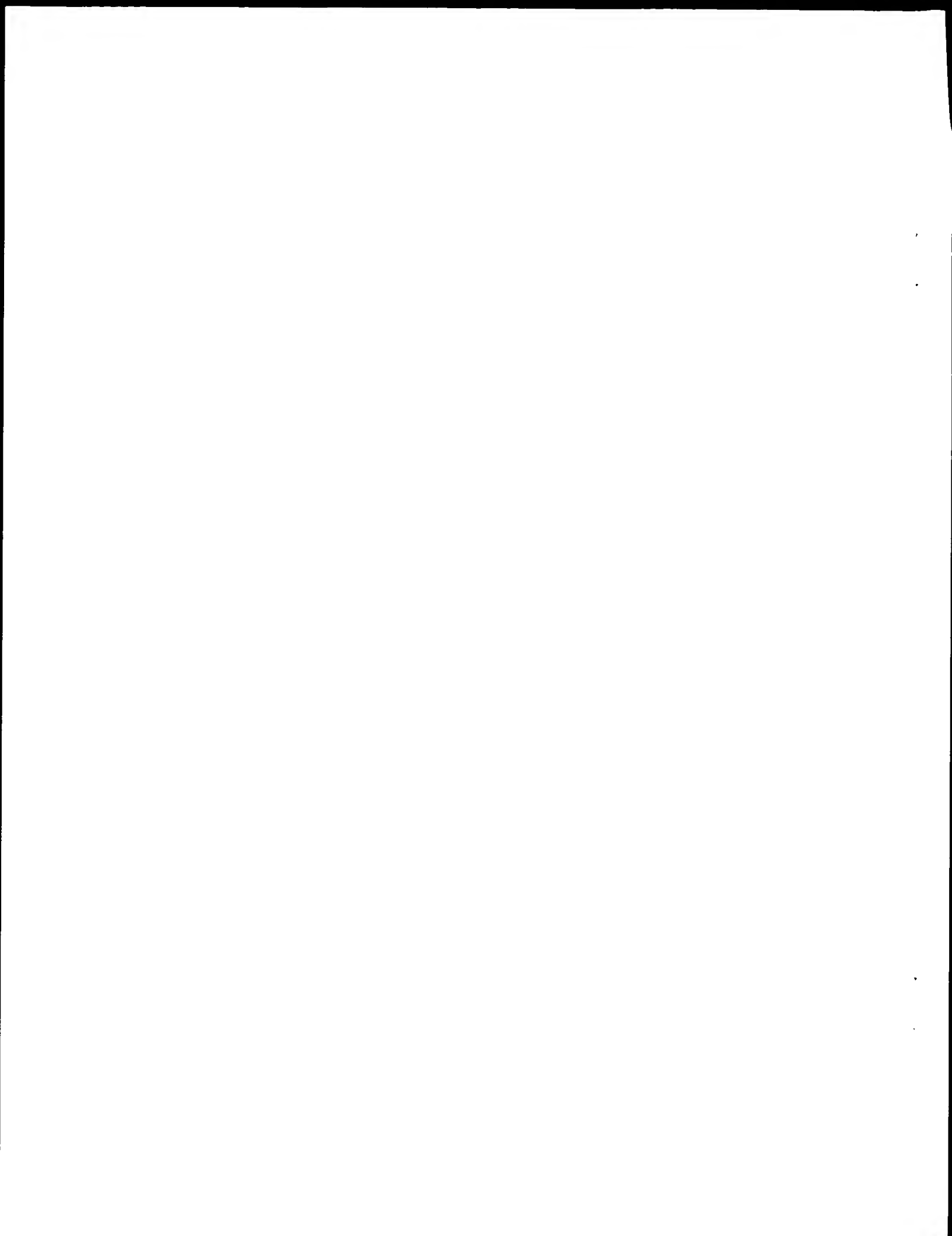




16 / 16

☒ 17





INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP99/06477

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl.⁷ C30B29/06, C30B15/00, C30B33/02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl.⁷ C30B1/00-35/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2000

Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2000 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2000

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP, 08-330316, A (Sumitomo Sitix Corporation), 13 December, 1996 (13.12.96), Fig. 2 & US, 5954873, A	1, 3-5 2
X Y	JP, 08-268794, A (Sumitomo Sitix Corporation), 15 October, 1996 (15.10.96), Claim 2 (Family: none)	6-8 2
PX	JP, 11-157995, A (Sumitomo Sitix Corporation), 15 June, 1999 (15.06.99), Claim 1; Figs. 1, 5(b) (Family: none)	1, 4, 5
A	G. Kissinger et al. 'Oxygen precipitation and stacking fault formation in wafers with a transition from vacancy-rich to interstitial-rich,' Electrochemical Society Proceedings, 1998, Vol. 98-13, pp. 158-169, especially, Fig. 3	9-13
A	JP, 08-333189, A (Sumitomo Metal Industries, Ltd.), 17 December, 1996 (17.12.96) (Family: none)	14-23

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not

considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing

date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is

cited to establish the publication date of another citation or other

special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other

means

"P" document published prior to the international filing date but later

than the priority date claimed

"T"

later document published after the international filing date or

priority date and not in conflict with the application but cited to

understand the principle or theory underlying the invention

"X"

document of particular relevance; the claimed invention cannot be

considered novel or cannot be considered to involve an inventive

step when the document is taken alone

"Y"

document of particular relevance; the claimed invention cannot be

considered to involve an inventive step when the document is

combined with one or more other such documents, such

combination being obvious to a person skilled in the art

"&"

document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

15 February, 2000 (15.02.00)

Date of mailing of the international search report

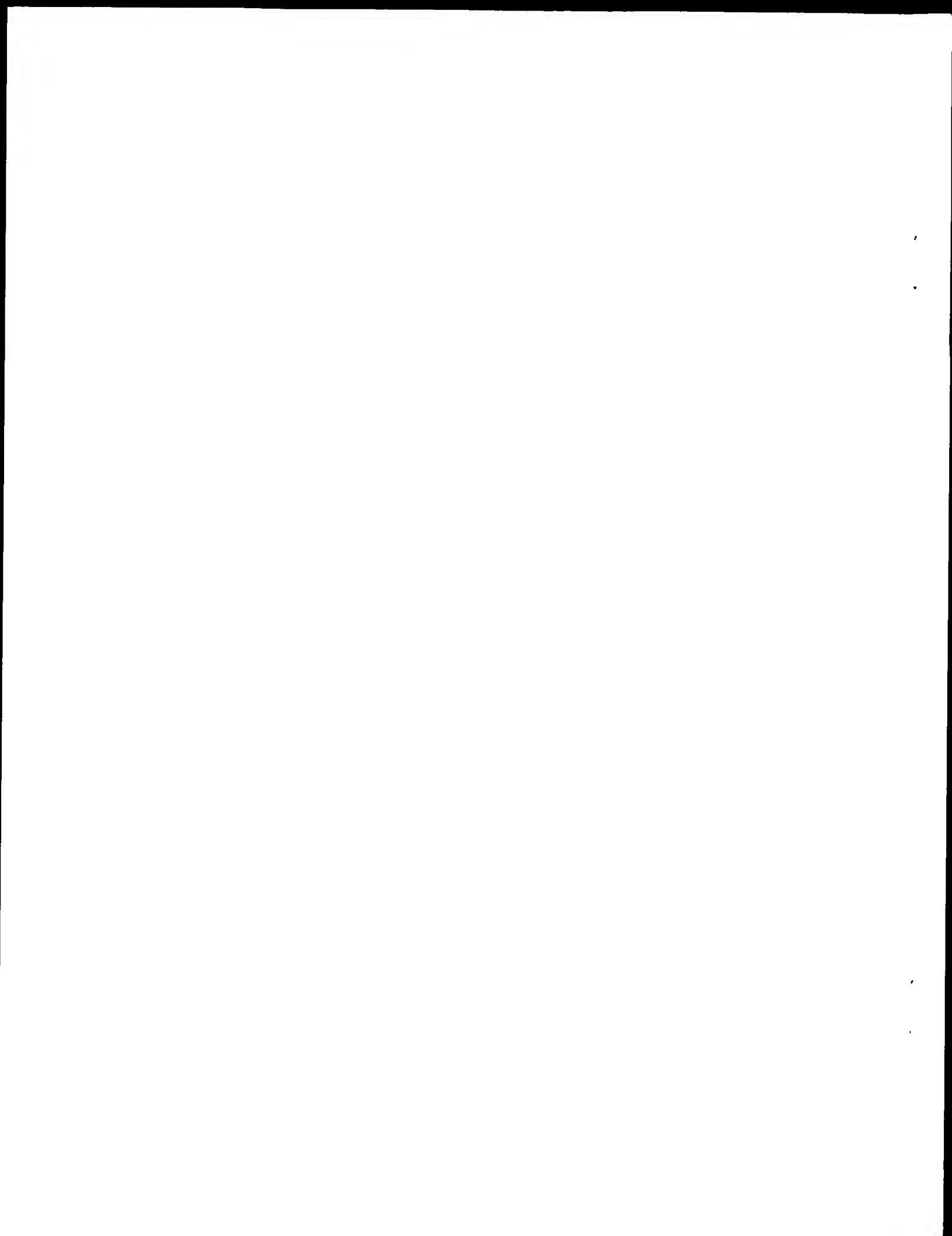
22 February, 2000 (22.02.00)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.



A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. C 30B29/06, C30B15/00, C30B33/02

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. C 30B1/00-35/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1926-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2000年
日本国登録実用新案公報	1994-2000年
日本国実用新案登録公報	1996-2000年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X Y	JP, 08-330316, A (住友シックス株式会社), 13. 12月. 1996 (13. 12. 96), 【図2】 & US, 5954873, A	1, 3-5 2
X Y	JP, 08-268794, A (住友シックス株式会社), 15. 10月. 1996 (15. 10. 96), 【請求項2】 (ファミリーなし)	6-8 2
PX	JP, 11-157995, A (住友シックス株式会社), 15. 6月. 1999 (15. 06. 99), 【請求項1】, 【図1】, 【図5】 (b) (ファミリーなし)	1, 4, 5

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

15. 02. 00

国際調査報告の発送日

22.02.00

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

五十 樓 毅

4 G

9 4 4 0

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	G. Kissinger et al. 'Oxygen precipitation and stacking fault formation in wafers with a transition from vacancy-rich to interstitial-rich,' Electrochemical Society Proceedings, 1998, Vol. 98-13, pp. 158-169 特にFig. 3参照	9-13
A	JP, 08-333189, A(住友金属工業株式会社), 17. 12月. 1996(17. 12. 96) (ファミリーなし)	14-23

3T
Translation

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

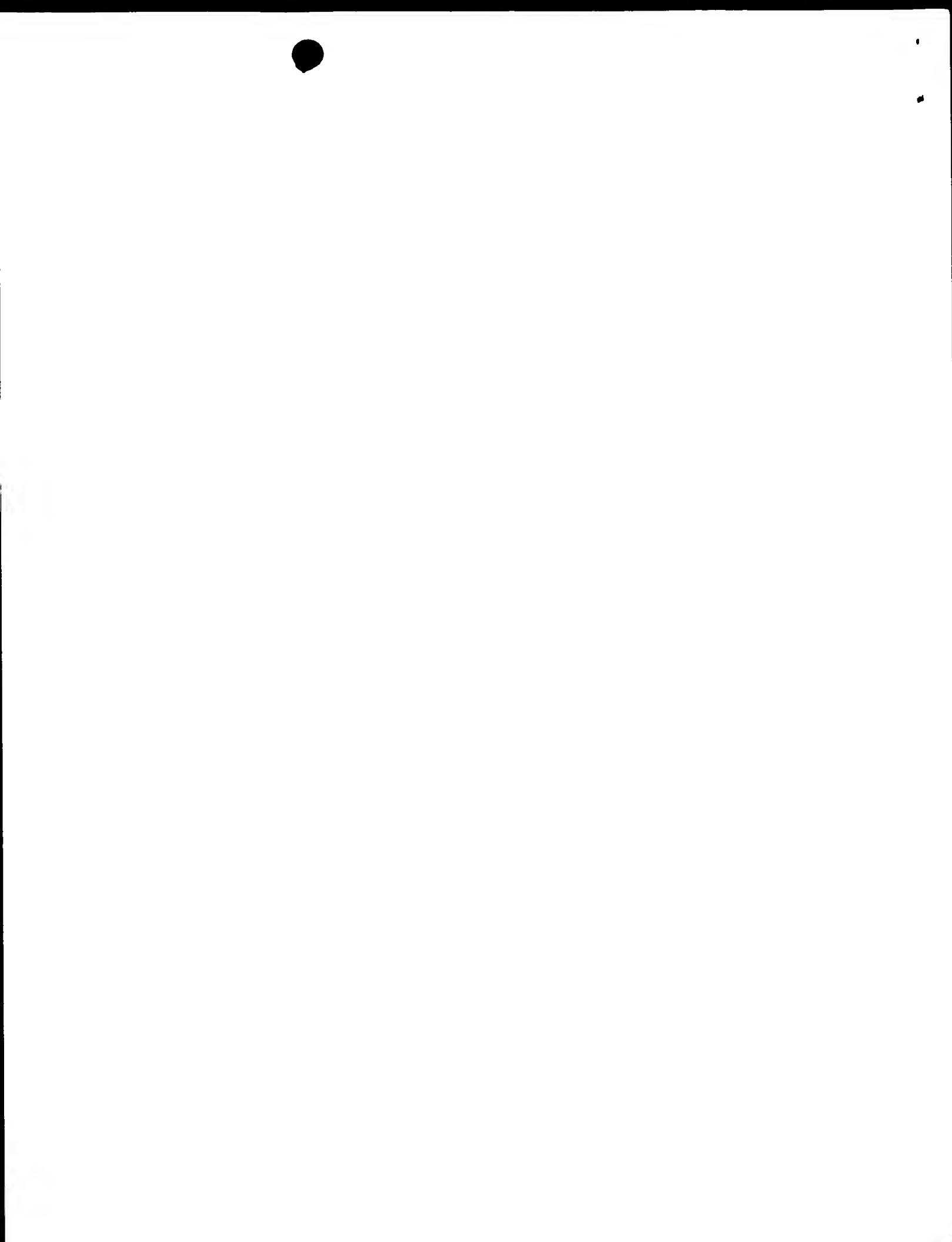
INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

(PCT Article 36 and Rule 70)

Applicant's or agent's file reference AP981008PCT	FOR FURTHER ACTION See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PCT/IPEA/416)	
International application No. PCT/JP99/06477	International filing date (day month year) 19 November 1999 (19.11.99)	Priority date (day month year) 20 November 1998 (20.11.98)
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC C30B 29/06, 15/00, 33/02		
Applicant KOMATSU ELECTRONIC METALS CO., LTD.		

<p>1. This international preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 36.</p> <p>2. This REPORT consists of a total of <u>4</u> sheets, including this cover sheet.</p> <p><input type="checkbox"/> This report is also accompanied by ANNEXES, i.e., sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions under the PCT).</p> <p>These annexes consist of a total of _____ sheets.</p>
<p>3. This report contains indications relating to the following items:</p> <p>I <input checked="" type="checkbox"/> Basis of the report</p> <p>II <input type="checkbox"/> Priority</p> <p>III <input type="checkbox"/> Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability</p> <p>IV <input type="checkbox"/> Lack of unity of invention</p> <p>V <input checked="" type="checkbox"/> Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement</p> <p>VI <input type="checkbox"/> Certain documents cited</p> <p>VII <input type="checkbox"/> Certain defects in the international application</p> <p>VIII <input type="checkbox"/> Certain observations on the international application</p>

Date of submission of the demand 29 March 2000 (29.03.00)	Date of completion of this report 13 October 2000 (13.10.2000)
Name and mailing address of the IPEA JP	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.



INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/JP99/06477

I. Basis of the report

1 With regard to the **elements** of the international application *

- ☒ the international application as originally filed
- ☐ the description:
 pages _____, as originally filed
 pages _____, filed with the demand
 pages _____, filed with the letter of _____
- ☐ the claims:
 pages _____, as originally filed
 pages _____, as amended (together with any statement under Article 19
 pages _____, filed with the demand
 pages _____, filed with the letter of _____
- ☐ the drawings:
 pages _____, as originally filed
 pages _____, filed with the demand
 pages _____, filed with the letter of _____
- ☐ the sequence listing part of the description:
 pages _____, as originally filed
 pages _____, filed with the demand
 pages _____, filed with the letter of _____

2. With regard to the **language**, all the elements marked above were available or furnished to this Authority in the language in which the international application was filed, unless otherwise indicated under this item.

These elements were available or furnished to this Authority in the following language _____ which is:

- ☐ the language of a translation furnished for the purposes of international search (under Rule 23.1(b)).
- ☐ the language of publication of the international application (under Rule 48.3(b)).
- ☐ the language of the translation furnished for the purposes of international preliminary examination (under Rule 55.2 and/or 55.3).

3. With regard to any **nucleotide and/or amino acid sequence** disclosed in the international application, the international preliminary examination was carried out on the basis of the sequence listing:

- ☐ contained in the international application in written form.
- ☐ filed together with the international application in computer readable form.
- ☐ furnished subsequently to this Authority in written form.
- ☐ furnished subsequently to this Authority in computer readable form.
- ☐ The statement that the subsequently furnished written sequence listing does not go beyond the disclosure in the international application as filed has been furnished.
- ☐ The statement that the information recorded in computer readable form is identical to the written sequence listing has been furnished.

4. ☐ The amendments have resulted in the cancellation of:

- ☐ the description, pages _____
- ☐ the claims, Nos _____
- ☐ the drawings, sheets/fig _____

5. ☐ This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).**

* Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to this report since they do not contain amendments (Rule 70.16 and 70.17).

** Any replacement sheet containing such amendments must be referred to under item 1 and annexed to this report

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/JP99/06477

V. Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement

1. Statement

Novelty (N)	Claims	1-5,9-23	YES
	Claims	6-8	NO
Inventive step (IS)	Claims	9-23	YES
	Claims	1-8	NO
Industrial applicability (IA)	Claims	1-23	YES
	Claims		NO

2. Citations and explanations

(Concerning claim 1)

The subject matter of claim 1 does not appear to involve an inventive step in view of document 1 or 3.

A person skilled in the art could easily have derived conditions (a) and (b) described in claim 1 from the profile shown in [Fig. 2] of document 1 [JP, 8-330316, A (Sumitomo Sitix Corp.), 13 December, 1996 (13.12.96)] cited in the ISR.

The temperature range set for G in claim 1 is from the melting point of silicon to 1350°C, but the range of document 1 is from this melting point to 1300°C, and is thus different from that of claim 1. In this regard, the applicant of the present application insists, on page 10 of the specification, that the present invention presents a more optimal range. However, the setting of the temperature range cannot be considered to have any special physical meaning. Furthermore, on page 11 of the specification, the applicant insists that the V/G range for obtaining a perfect crystal is shifted by changing the temperature range set for G, but it is obvious that if the definition of G changes, the relation between V/G and perfect crystal (or OSF ring) also changes. A person skilled in the art could easily have arrived at this range from the description in document 1.

Similarly a person skilled in the art could easily have derived conditions (a) and (b) described in claim 1 from the profile shown in [Fig. 1] of document 3 [JP, 11-157995, A (Sumitomo Sitix Corp.), 15 June, 1999 (15.06.99)] cited in the ISR.

(Concerning claim 2)

The subject matter of claim 2 does not appear to involve an inventive step in view of documents 1-2.

Document 2 [JP, 8-268794, A (Sumitomo Sitix Corp.), 15 October, 1996 (15.10.96), [claim 2]] cited in the ISR describes a method of controlling G by intercepting the radiation from a melt, with a view to ensuring that V/G can be controlled at the desired value.

(Concerning claim 3)

The subject matter of claim 3 does not appear to involve an inventive step in view of document 1.

Document 1 (paragraph [0036]) describes a method of adjusting the pull-up speed.

(Concerning claims 4-5)

The subject matters of claims 4-5 do not appear to involve an inventive step in view of document 1 or 3, or documents 1-2.

A person skilled in the art could easily have derived the method of claim 1 from document 1 or 3, the method of claim 2 from documents 1-2, and the method of claim 3 from document 1. Therefore, the subject matters of claims 4-5 concerning the wafer obtained using those methods do not appear to involve an inventive step in view of document 1 or 3 or documents 1-2.

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/JP99/06477

Supplemental Box

(To be used when the space in any of the preceding boxes is not sufficient)

Continuation of Box V (Citations and explanations):

(Concerning claims 6-8)

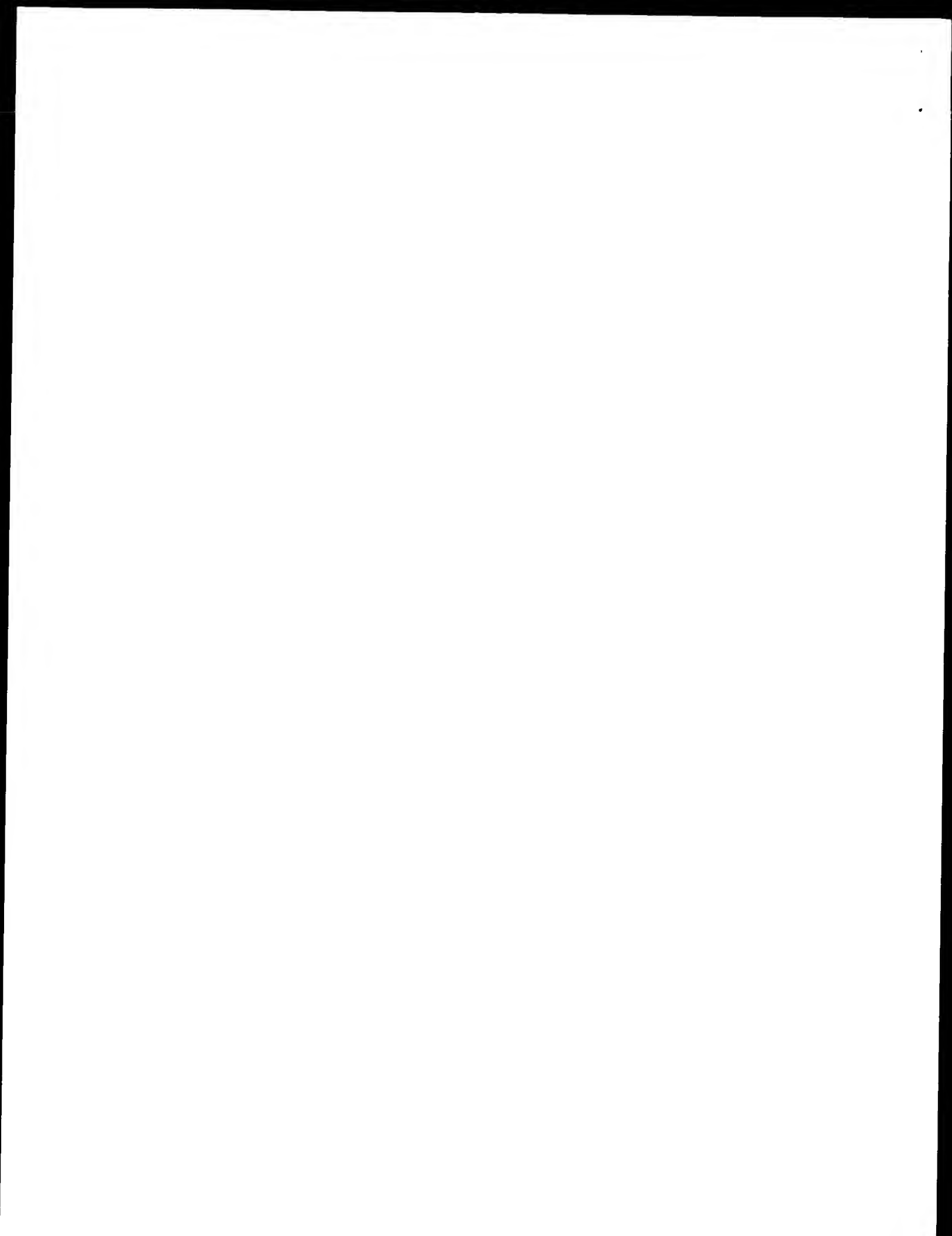
The subject matters of claims 6-8 do not appear to be novel or to involve an inventive step in view of document 2.

Document 2 describes a method of controlling G by intercepting the radiation from a melt, with a view to ensuring that V/G can be controlled at the desired value.

(Concerning claims 9-23)

The subject matters of claims 9-23 appear to be novel and to involve an inventive step.

The subject matters of claims 9-23 are neither described in any of documents 1-5 cited in the ISR nor could have been obviously or theoretically derived by a person skilled in the art simply from the prior art.



47

特 許 協 力 条 約

P C T

国際予備審査報告

(法第12条、法施行規則第56条)
[PCT36条及びPCT規則70]

REC'D 27 OCT 2000

出願人又は代理人 の書類記号 AP981008PCT	今後の手続きについては、国際予備審査報告の送付通知(様式PCT/ IPEA/416)を参照すること。	
国際出願番号 PCT/J P 99/06477	国際出願日 (日.月.年) 19. 11. 99	優先日 (日.月.年) 20. 11. 98
国際特許分類 (IPC) Int. Cl. C30B29/06, C30B15/00, C30B33/02		
出願人 (氏名又は名称) コマツ電子金属株式会社		

1. 国際予備審査機関が作成したこの国際予備審査報告を法施行規則第57条 (PCT36条) の規定に従い送付する。
2. この国際予備審査報告は、この表紙を含めて全部で 4 ページからなる。
- ☐ この国際予備審査報告には、附属書類、つまり補正されて、この報告の基礎とされた及び/又はこの国際予備審査機関に対してした訂正を含む明細書、請求の範囲及び/又は図面も添付されている。
(PCT規則70.16及びPCT実施細則第607号参照)
この附属書類は、全部で ページである。
3. この国際予備審査報告は、次の内容を含む。
- I ☒ 国際予備審査報告の基礎
- II ☐ 優先権
- III ☐ 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての国際予備審査報告の不作成
- IV ☐ 発明の単一性の欠如
- V ☒ PCT35条(2)に規定する新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての見解、それを裏付けるための文献及び説明
- VI ☐ ある種の引用文献
- VII ☐ 国際出願の不備
- VIII ☐ 国際出願に対する意見

国際予備審査の請求書を受理した日 29. 03. 00	国際予備審査報告を作成した日 13. 10. 00	
名称及びあて先 日本国特許庁 (IPEA/J P) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官 (権限のある職員) 五十 樓 毅	4 G 9 4 4 0
電話番号 03-3581-1101 内線 3416		

I. 国際予備審査報告の基礎

1. この国際予備審査報告は下記の出願書類に基づいて作成された。(法第6条(PCT 14条)の規定に基づく命令に
 応答するために提出された差し替え用紙は、この報告書において「出願時」とし、本報告書には添付しない。
 PCT規則70.16, 70.17)

☒ 出願時の国際出願書類

- ☐ 明細書 第 _____ ページ、 出願時に提出されたもの
 明細書 第 _____ ページ、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの
 明細書 第 _____ ページ、 _____ 付の書簡と共に提出されたもの
- ☐ 請求の範囲 第 _____ 項、 出願時に提出されたもの
 請求の範囲 第 _____ 項、 PCT 19条の規定に基づき補正されたもの
 請求の範囲 第 _____ 項、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの
 請求の範囲 第 _____ 項、 _____ 付の書簡と共に提出されたもの
- ☐ 図面 第 _____ ページ/図、 出願時に提出されたもの
 図面 第 _____ ページ/図、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの
 図面 第 _____ ページ/図、 _____ 付の書簡と共に提出されたもの
- ☐ 明細書の配列表の部分 第 _____ ページ、 出願時に提出されたもの
 明細書の配列表の部分 第 _____ ページ、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの
 明細書の配列表の部分 第 _____ ページ、 _____ 付の書簡と共に提出されたもの

2. 上記の出願書類の言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願の言語である。

上記の書類は、下記の言語である _____ 語である。

- ☐ 国際調査のために提出されたPCT規則23.1(b)にいう翻訳文の言語
☐ PCT規則48.3(b)にいう国際公開の言語
☐ 国際予備審査のために提出されたPCT規則55.2または55.3にいう翻訳文の言語

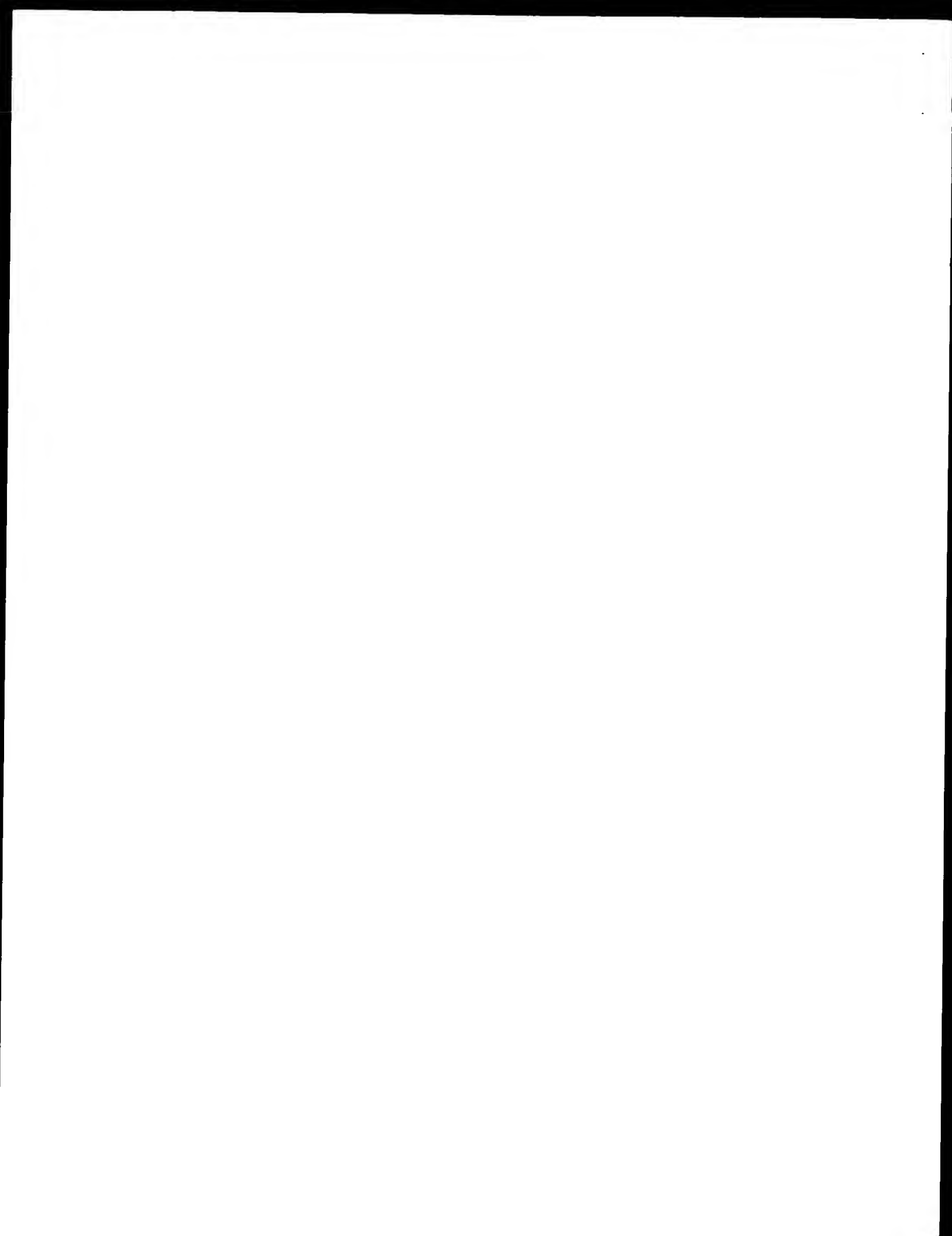
3. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき国際予備審査報告を行った。

- ☐ この国際出願に含まれる書面による配列表
☐ この国際出願と共に提出されたフレキシブルディスクによる配列表
☐ 出願後に、この国際予備審査(または調査)機関に提出された書面による配列表
☐ 出願後に、この国際予備審査(または調査)機関に提出されたフレキシブルディスクによる配列表
☐ 出願後に提出した書面による配列表が出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった
☐ 書面による配列表に記載した配列とフレキシブルディスクによる配列表に記載した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。

4. 補正により、下記の書類が削除された。

- ☐ 明細書 第 _____ ページ
☐ 請求の範囲 第 _____ 項
☐ 図面 図面の第 _____ ページ/図

5. ☐ この国際予備審査報告は、補充欄に示したように、補正が出願時における開示の範囲を越えてされたものと認められるので、その補正がされなかったものとして作成した。(PCT規則70.2(c) この補正を含む差し替え用紙は上記1.における判断の際に考慮しなければならず、本報告に添付する。)



V. 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての法第12条（PCT35条(2)）に定める見解、それを裏付ける文献及び説明

1. 見解

新規性 (N)	請求の範囲	1-5, 9-23	有
	請求の範囲	6-8	無
進歩性 (IS)	請求の範囲	9-23	有
	請求の範囲	1-8	無
産業上の利用可能性 (IA)	請求の範囲	1-23	有
	請求の範囲		無

2. 文献及び説明 (PCT規則70.7)

(請求項1について)

文献1または文献3より進歩性を有しない。

請求項1に記載された条件(a)及び(b)は、国際調査報告で引用された文献1；JP, 08-330316, A(住友シックス株式会社), 13. 12月. 1996(13. 12. 96)の【図2】に示されたプロファイルから、当業者が容易に導き出せるものにすぎない。

Gの温度範囲設定につき、請求項1ではシリコン融点から1350℃までであるのに対し、文献1では融点から1300℃までと相違する。この点に関し、本願出願人は明細書第10頁において、本発明はより最適なものを提示した旨主張するが、上記温度範囲の設定に格段の物理的意味があるものとは認められない。また、明細書第11頁において、Gの温度範囲設定の変更により完全結晶を得られるV/Gの範囲がシフトする旨主張するが、Gの定義が変わればV/Gと完全結晶（あるいはOSFリング）との関係が変化することは自明のことであって、その範囲は、文献1の記載から当業者が容易に想到し得るものにすぎない。

同様に、請求項1に記載された条件(a)及び(b)は、国際調査報告で引用された文献3；JP, 11-157995, A(住友シックス株式会社), 15. 6月. 1999(15. 06. 99)の【図1】に示されたプロファイルから、当業者が容易に導き出せるものにすぎない。

(請求項2について)

文献1及び文献2より進歩性を有しない。

国際調査報告で引用された文献2；JP, 08-268794, A(住友シックス株式会社), 15. 10月. 1996(15. 10. 96)の【請求項2】には、V/Gが目標値に制御されるように、融液からの輻射の遮断によりGを操作することが記載されている。

(請求項3について)

文献1より進歩性を有しない。

文献1の段落【0036】には、引き上げ速度を調整することが記載されている。

(請求項4、5について)

文献1または文献3、あるいは文献1及び文献2より進歩性を有しない。

請求項1の方法が文献1または文献3から、請求項2の方法が文献1及び文献2から、そして請求項3の方法が文献1から当業者が容易に導き出せる以上、それらの方法により得られるウェーハに関する請求項4、5の発明も、文献1または文献3、あるいは文献1及び文献2より進歩性を有しないものである。

補充欄 (いずれかの欄の大きさが足りない場合に使用すること)

第 V 欄の続き

(請求項6-8について)

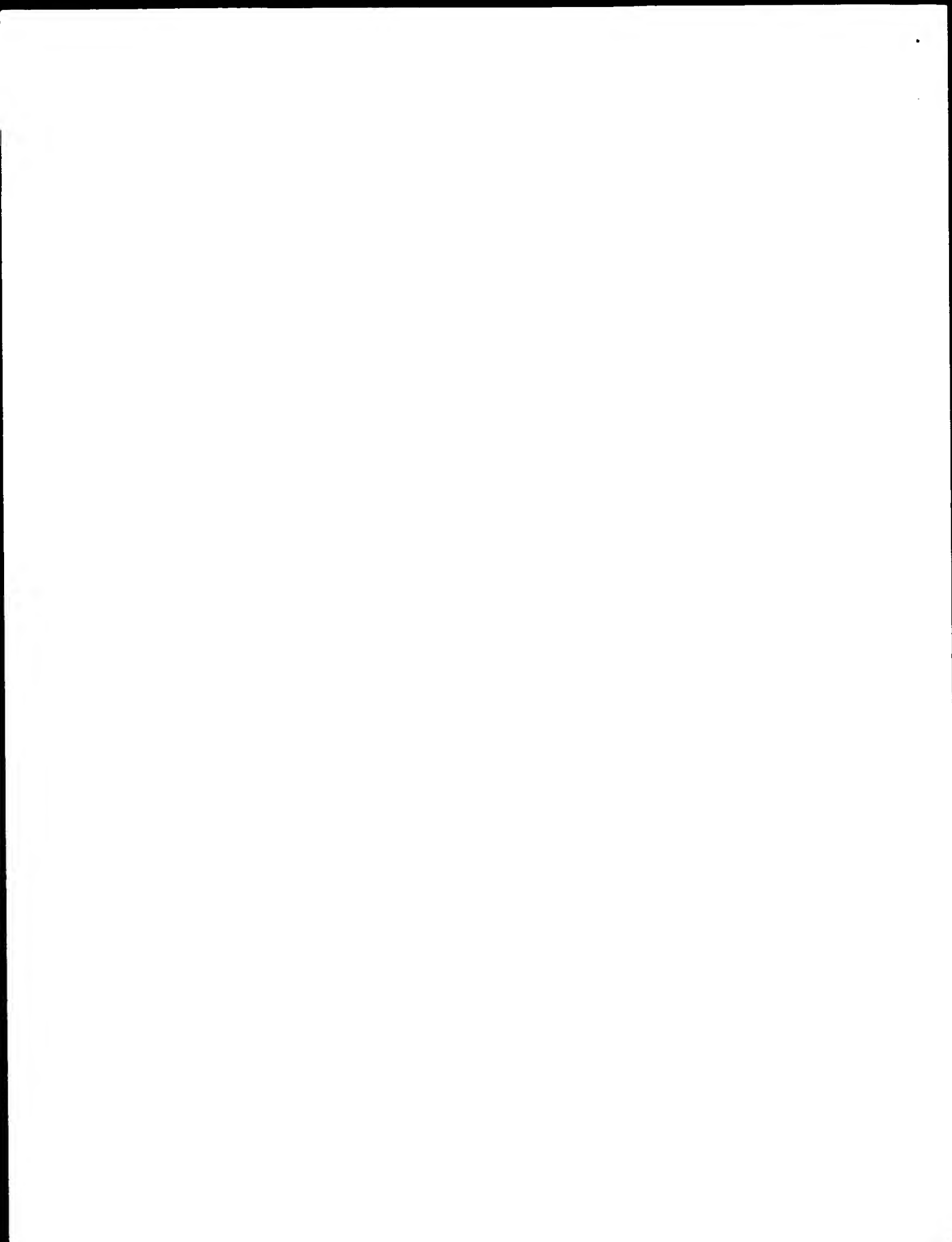
文献2より新規性及び進歩性を有しない。

文献2には、 V/G が目標値に制御されるように、融液からの輻射の遮断によりGを操作することが記載されている。

(請求項9-23について)

新規性及び進歩性を有する。

請求項9-23に係る発明は、国際調査報告で引用された文献1-5に記載されておらず、当業者が単に先行技術から明白に又は論理的に導くことができるものであるともいえない。



PCT

EP

US

国際調査報告

(法8条、法施行規則第40、41条)
[PCT18条、PCT規則43、44]

出願人又は代理人 の書類記号 AP981008PCT	今後の手続きについては、国際調査報告の送付通知様式(PCT/ISA/220) 及び下記5を参照すること。	
国際出願番号 PCT/J P 99/06477	国際出願日 (日.月.年) 19. 11. 99	優先日 (日.月.年) 20. 11. 98
出願人 (氏名又は名称) コマツ電子金属株式会社		

国際調査機関が作成したこの国際調査報告を法施行規則第41条(PCT18条)の規定に従い出願人に送付する。
この写しは国際事務局にも送付される。

この国際調査報告は、全部で 3 ページである。

☐ この調査報告に引用された先行技術文献の写しも添付されている。

1. 国際調査報告の基礎

a. 言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願がされたものに基づき国際調査を行った。

☐ この国際調査機関に提出された国際出願の翻訳文に基づき国際調査を行った。

b. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき国際調査を行った。

☐ この国際出願に含まれる書面による配列表

☐ この国際出願と共に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出された書面による配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に提出した書面による配列表が出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった。

☐ 書面による配列表に記載した配列とフレキシブルディスクによる配列表に記録した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。

2. ☐ 請求の範囲の一部の調査ができない(第I欄参照)。

3. ☐ 発明の単一性が欠如している(第II欄参照)。

4. 発明の名称は ☒ 出願人が提出したものを承認する。

☐ 次に示すように国際調査機関が作成した。

5. 要約は ☒ 出願人が提出したものを承認する。

☐ 第III欄に示されているように、法施行規則第47条(PCT規則38.2(b))の規定により国際調査機関が作成した。出願人は、この国際調査報告の発送の日から1カ月以内にこの国際調査機関に意見を提出することができる。

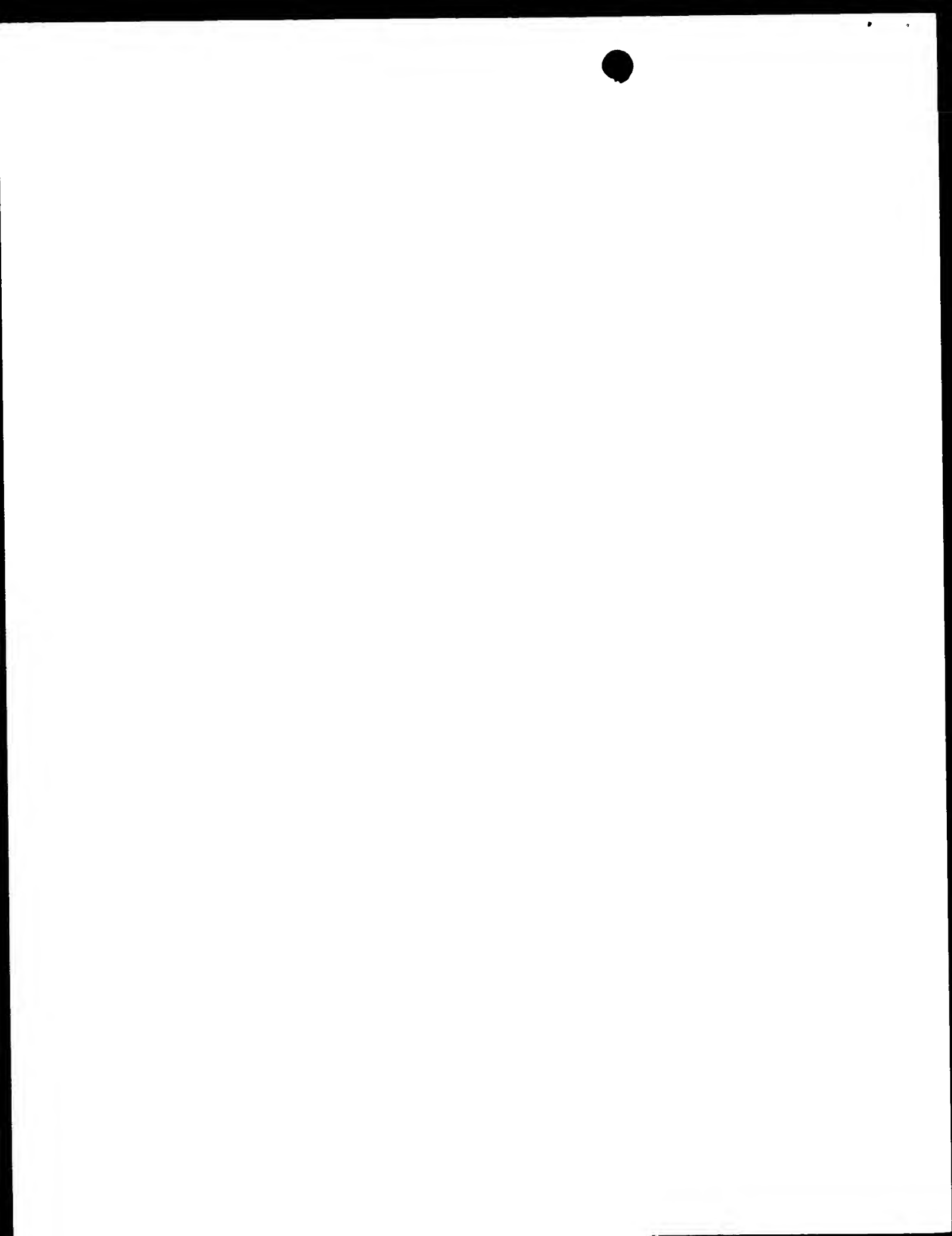
6. 要約書とともに公表される図は、

第 1 図とする。 ☒ 出願人が示したとおりである。

☐ なし

☐ 出願人は図を示さなかった。

☐ 本図は発明の特徴を一層よく表している。



A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. C30B29/06, C30B15/00, C30B33/02

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. C30B1/00-35/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1926-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2000年
日本国登録実用新案公報	1994-2000年
日本国実用新案登録公報	1996-2000年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X Y	JP, 08-330316, A (住友チックス株式会社), 13. 12月. 1996 (13. 12. 96), 【図2】 & US, 5954873, A	1, 3-5 2
X Y	JP, 08-268794, A (住友チックス株式会社), 15. 10月. 1996 (15. 10. 96), 【請求項2】 (ファミリーなし)	6-8 2
PX	JP, 11-157995, A (住友チックス株式会社), 15. 6月. 1999 (15. 06. 99), 【請求項1】, 【図1】, 【図5】 (b) (ファミリーなし)	1, 4, 5

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

15. 02. 00

国際調査報告の発送日

22.02.00

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

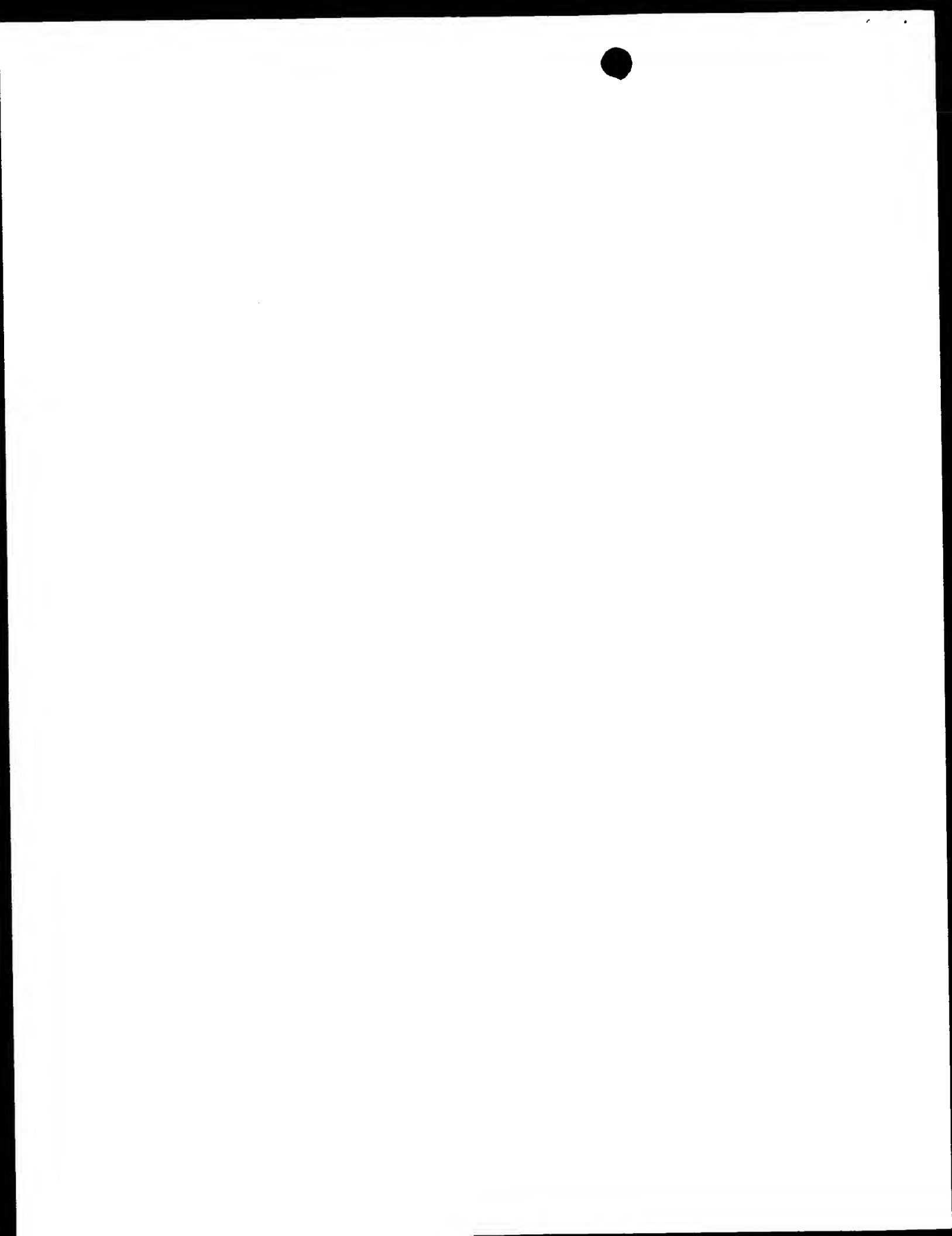
五十棲 毅



4G

9440

電話番号 03-3581-1101 内線 3416



C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	G. Kissinger et al. 'Oxygen precipitation and stacking fault formation in wafers with a transition from vacancy-rich to interstitial-rich,' Electrochemical Society Proceedings, 1998, Vol. 98-13, pp. 158-169 特にFig. 3参照	9-13
A	JP, 08-333189, A(住友金属工業株式会社), 17. 12月. 1996(17. 12. 96) (ファミリーなし)	14-23

